#### COSMETICS

Patent number:

WO0115658

**Publication date:** 

2001-03-08

Inventor:

KURODA AKIHIRO (JP); SAKUTA KOJI (JP); USUI

HITOSHI (JP)

Applicant:

KANEBO LTD (JP); SHINETSU CHEMICAL CO (JP);

KURODA AKIHIRO (JP); SAKUTA KOJI (JP); USUI

HITOSHI (JP)

Classification:

- international:

A61K8/58; A61K8/89; A61K8/891; A61K8/894; A61K8/895; A61K8/896; A61K8/898; A61Q1/02; A61Q1/10; A61Q5/00; A61Q15/00; A61Q17/04; A61Q19/00; A61Q19/02; A61K8/30; A61K8/72; A61Q1/02; A61Q5/00; A61Q15/00; A61Q17/04;

A61Q1/02; A61Q5/00; A61Q15/00; A61Q17/0 A61Q19/00; A61Q19/02; (IPC1-7): A61K7/00

- european:

A61K8/58C; A61K8/89; A61K8/891; A61K8/894; A61K8/895; A61K8/896; A61K8/898; A61Q1/02; A61Q1/10; A61Q5/00; A61Q15/00; A61Q17/04;

A61Q19/00; A61Q19/02

Application number: WO2000JP05838 20000829

Priority number(s): JP19990242948 19990830; JP19990242949 19990830;

JP19990266824 19990921

Aiso published as:

D EP1213006 (A1) CN1213716C (C)

Cited documents:

EP0383540
JP5070328

JP4305510 JP6172148 JP9255543

more >>

Report a data error here

#### Abstract of WO0115658

Cosmetics characterized by containing an organopolysiloxane represented by formula (1). The cosmetics exhibit excellent volatility and feels and are excellent in stability.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

# (19) 世界知的所有権機関 国際事務局



# 

# (43) 国際公開日 2001年3月8日(08.03.2001)

**PCT** 

# (10) 国際公開番号 WO 01/15658 A1

(51) 国際特許分類7:

A61K 7/00

(21) 国際出願番号:

PCT/JP00/05838

所内 Gunma (JP). 臼井 仁 (USUI, Hitoshi) [JP/JP]; 〒 100-0004 東京都千代田区大手町二丁目6番1号 信越 化学工業株式会社 シリコーン事業本部内 Tokyo (JP).

(22) 国際出願日:

2000年8月29日(29.08.2000)

日本語

(25) 国際出願の言語:

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ: 特願平11/242948 特願平11/242949

1999年8月30日 (30.08.1999) 1999年8月30日(30.08.1999) JP

特願平11/266824 1999年9月21日(21.09.1999)

- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 鐘紡株 式会社 (KANEBO LTD.) [JP/JP]; 〒131-0031 東京都墨 田区墨田五丁目17番4号 Tokyo (JP). 信越化学工業株式 会社 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) [JP/JP]; 〒 100-0004 東京都千代田区大手町二丁目6番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 黒田章裕 (KURODA, Akihiro) [JP/JP]; 〒250-0002 神奈川県小 田原市寿町5丁目3番28号 鐘紡株式会社 化粧品研究 所内 Kanagawa (JP). 作田晃司 (SAKUTA, Koji) [JP/JP]; 〒379-0222 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコーン電子材料技術研究

(74) 代理人: 弁理士 松井光夫(MATSUI, Mitsuo); 〒105-0003 東京都港区西新橋二丁目19番2号 西新橋YSビ ル3階 Tokyo (JP).

- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### 添付公開書類:

国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、 定期発行される 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語 のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: COSMETICS

(54) 発明の名称: 化粧料

(57) Abstract: Cosmetics characterized by containing an organopolysiloxane represented by formula (1). The cosmetics exhibit excellent volatility and feels and are excellent in stability.

#### (57) 要約:

本発明は、下記一般式(1)で示されるオルガノポリシロキサンを含有することを特徴 とする化粧料に関する。

 $\{(CH_3)_3SiO\}_3SiCH_3$ (1)

本発明の化粧料は、優れた揮発性及び感触、並びに、優れた安定性を有する。



# 明細書

# 技術分野

5 本発明は特定のオルガノポリシロキサンを含有する化粧料に関し、詳細には揮発性に優れる特定構造の分岐状揮発性オルガノポリシロキサンを配合した、感触、化粧持続性等に 優れた化粧料に関する。

# 背景技術

15

10 従来、日本国特許第2517311号公報、2525193号公報、2843266号 公報、2934773号公報、2967141号公報、3020716号公報などに開示 される、揮発性の環状シリコーンは、油中水型乳化物や油性化粧料に多用されてきた。

一般的に、汗や涙及び皮脂など、人からの分泌物は化粧崩れの原因となるが、特にメイクアップ化粧料においては、化粧料に配合されている油剤に、皮膚から分泌される皮脂が加わり、過剰に化粧料の粉体を濡らすことが化粧崩れの大きな要因となっている。そこで、皮膚上に残る化粧料中の油剤を減らすために、配合される油剤の一部として、オクタメチルシクロテトラシロキサンやデカメチルシクロペンタシロキサン等の揮発性油剤を用いることが試みられていた。

また、水も、化粧持ちを悪化させる外的要因となる。そこで、汗や水などの水溶性物質 によって起こる化粧持ちの悪さを改良するために、或いは皮膚中の水溶性成分等が失われることを防ぎ、皮膚の保護効果を持続させる目的で、シリコーン油を配合して撥水性を高くすることが行なわれている。例えばジメチルポリシロキサンに代表されるシリコーン油は、軽い感触、優れた撥水性、及び高い安全性等の特徴を持つために、近年、化粧料に用いる油剤として揮発性シリコーンと併用することも行われている。

25 しかしながら、揮発性シリコーンであるオクタメチルシクロテトラシロキサン(以下、

D4と呼ぶ)は凝固点が17であるため、冬季にD4を含む製品中でD4が結晶化して製品が分離するなどの問題があった。さらに、冬季に製品を製造する際にはD4を配合する前に一度加温してD4を溶解する必要があり工程上問題があった。

デカメチルシクロペンタシロキサン(以下、D5と呼ぶ)の凝固点は一40℃であることから、上記の問題は生じないが、沸点が210℃と高いため、揮発性が不足し、D4をD5で代替することは官能特性的に問題がある。さらに、肌にD5が長時間残留し化粧塗膜の強度が弱くなる結果、化粧効果の持続性が低下してしまう問題もあった。そのため実用上はD4とD5を混合使用して揮発性と結晶化の防止を両立させている場合が多くあった。

一方、特開平9-175940号公報にあるようにサンスクリーン剤や化粧料下地剤にシリコーン樹脂(トリメチルシロキシケイ酸)をD5で溶解した溶液を配合することが知られている。この場合、シリコーン樹脂溶液を配合することによって化粧効果の持続性が向上することが知られている。しかしながらシリコーン樹脂溶液の効果をモデル実験した場合と実使用した場合には、モデル実験時に得られるほどの効果が実使用時に得られないというのが実態であった。この原因としては、D5が揮発せずに肌に残留し、結果的にシリコーン樹脂の効果が発揮できていないことが考えられる。

# 発明の開示

5

10

15

20

25

本発明者らは、上記の諸問題を解決すべく鋭意検討した結果、特定の構造を有する分岐 状揮発性のオルガノポリシロキサンが揮発性に優れるためD5のように長時間肌に残留す ることなく、且つ、D4のように冬季に結晶化せず、その上、安全性に問題が無く、また、 皮膚から脱脂しにくいことを見出した。該オルガノポリシロキサンは190℃というD4 に近い沸点を持ちながら、凝固点は一82.8℃であり、冬季でもD4のように結晶化す ることがない。また、該オルガノポリシロキサンは、化粧料用油剤としての使用性が良く、 しかもそれらを用いた化粧料は、従来の環状シリコーンに見られるドライフィールを感じ

させず、軽い感触となる。

すなわち本発明は、下記一般式 (1) で示されるオルガノポリシロキサンを含有することを特徴とする化粧料である。

 $\{(CH_3)_3 S i O\}_3 S i CH_3$  (1)

5 また、本発明は、式(1)のオルガノポリシロキサンとは異種のオルガノポリシロキサンの少なくとも1種を、さらに含有することを特徴とする前記化粧料である。

本発明の好ましい態様として、下記の化粧料が開示される。

前記異種のオルガノポリシロキサンが、25℃、1気圧下で液状のオルガノポリシロキサンであることを特徴とする前記化粧料。

10 前記液状のオルガノポリシロキサンが、25℃、1気圧下で揮発性のオルガノポリシロキサンであることを特徴とする前記化粧料。

前記揮発性のオルガノポリシロキサンが、4~6個の珪素原子を有する環状ジメチルポリシロキサンであることを特徴とする前記化粧料。

前記液状のオルガノポリシロキサンが、25℃、1 気圧下で不揮発性のオルガノポリシロ 15 キサンであることを特徴とする前記化粧料。

前記不揮発性のオルガノポリシロキサンが、ジメチルポリシロキサン、及び、メチルフェニルポリシロキサンからなる群より選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする前記化粧料。

前記異種のオルガノポリシロキサンが、25℃、1気圧下でペースト状、ガム状、弾性固 な状、又は、非弾性固体状のオルガノポリシロキサンであることを特徴とする前記化粧料。 前記ガム状のオルガノポリシロキサンが、重合度が3,000~20,000 のジメチルポリシロ キサンガムであることを特徴とする前記化粧料。

前記弾性固体状、又は、非弾性固体状のオルガノポリシロキサンが、化粧料中に分散されていることを特徴とする前記化粧料。

25 前記非弾性固体状のオルガノポリシロキサンが、球状ポリアルキルシルセスキオキサン

粉末であることを特徴とする前記化粧料。

5

10

20

前記非弾性固体状のオルガノポリシロキサンが、アクリルシリコーン共重合体、フッ素 変性オルガノポリシロキサン、トリメチルシロキシケイ酸(MQレジン)、ジメチルシロキ シ基含有トリメチルシロキシケイ酸(MDQレジン)からなる群より選ばれる少なくとも 1種であることを特徴とする前記化粧料。

前記異種のオルガノポリシロキサンが、変性オルガノポリシロキサンであることを特徴とする前記化粧料。

前記変性オルガノポリシロキサンが、フッ素変性オルガノポリシロキサン、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン、アミノ変性オルガノポリシロキサン、アルコール性水酸基含有オルガノポリシロキサン、グリセリル変性オルガノポリシロキサン、ポリグリセリル変性オルガノポリシロキサンからなる群より選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする前記化粧料。

前記異種のオルガノポリシロキサンが、架橋型オルガノポリシロキサンであることを特 徴とする前記化粧料。

15 前記架橋型オルガノポリシロキサンが、一分子中に少なくとも二つのアルケニル基を含有するオルガノポリシロキサンと、Si-H 結合を含有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンとの反応生成物であることを特徴とする前記化粧料。

前記架橋型オルガノポリシロキサンが、ポリオキシアルキレン部分、アルキル部分、アルケニル部分、およびアリール部分からなる群より選ばれる少なくとも1部分を架橋分子中に含有する架橋型オルガノポリシロキサンであることを特徴とする前記化粧料。

前記架橋型オルガノポリシロキサンが、動粘度 0.65~100 mm²/s のオルガノポリシロキサンに膨潤された形態で、化粧料に配合されることを特徴とする前記化粧料。

フッ素含有化合物を、さらに含有することを特徴とする前記化粧料。

紫外線防御成分を、さらに含有することを特徴とする前記化粧料。

25 前記紫外線防御成分が、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、パラメトキシケイ皮酸 2

ーエチルヘキシル、4ーtertーブチルー4'ーメトキシジベンゾイルメタン、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤からなる群より選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする前記化粧料。

分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物を、さらに含有することを特徴とする 5 前記化粧料。

増粘剤を、さらに含有することを特徴とする前記化粧料。

#### 発明を実施するための最良の形態

20

本発明に使用される分岐状揮発性オルガノポリシロキサン(以下、M3Tと呼ぶ)は下 10 記一般式(1)で示されるものである。

$$\{(CH_3)_3SiO\}_3SiCH_3$$
 (1)

M3Tは、古くは1970年頃に旧ソビエト連邦で検討されていた化合物であり、例え 15 ば Dokl. Akad. Nauk SSSR、 第227巻、第3号、第607~610頁(1976)などに記載されて いる。

しかし、M3Tを化粧品に配合することは知られていない。揮発性シリコーンを含む化粧品関連特許は、いずれも環状体、直鎖体またはフェニル基を誘導したタイプに関するものであり、M3Tに言及したものは見られない。

M3Tの製造方法としては公知の方法が挙げられる。例えば、メチルトリクロロシランとトリメチルクロロシランを共加水分解することによって得ることができる。モル比はメチルトリクロロシラン1モルに対して少なくとも3モルのトリメチルクロロシランが必要である。

また、M3Tは、ヘキサメチルジシロキサンとメチルトリアルコキシシランを酸性触媒 25 下に加水分解することによっても得ることができる。メチルトリアルコキシシランとして はメチルトリメトキシシランあるいはメチルトリエトキシシラン、メチルトリプロポキシ

シラン、メチルトリブトキシシランが好ましい。また、酸性触媒としては硫酸、メタンスルホン酸、トリフロロメタンスルホン酸、イオン交換樹脂があげられエタノール、イソプロピルアルコールなどを溶剤として反応を行う。モル比はメチルトリアルコキシシラン1モルに対して少なくとも1.5モルのヘキサメチルジシロキサンが必要である。

また、 $M3Tは、(CH_3)_3SiOSi(X)CH_3Si(CH_3)_3$ と、 $CH_3SiY$  との脱XY 反応することによっても得ることができる。(但し、X, Y は水素、塩素、およびアルキコシ基からなる群より選択される基である。)

5

10

15

20

25

本発明で用いるM 3 T は、人体に対する安全性から、鉛 2 0 p p m以下、ヒ素 2 p p m 以下であり、且つ、珪素原子 1 個からなる不純物成分の量が 0. 1 質量%以下に精製されているものを用いることが好ましい。珪素原子 1 つからなる不純物としては、例えば(C  $H_3$ ) $_3$  S i C I 、(C  $H_3$ ) $_3$  S i O I 、(C I 、 I 、 I S i H などが挙げられるが、これらの化合物はいずれも皮膚刺激性が強く、化粧料への配合は好ましくない。また、珪素原子数が I 2 又は I の直鎖状や環状の化合物も皮膚刺激が強いため、好ましくない。

本発明において、M3Tは、化粧料中に0.1~99.9質量%の範囲で任意に配合が可能であるが、以下に記載するような、M3Tとは異種のオルガノポリシロキサンとの組み合わせ、及び、剤形に依存して、適宜配合濃度が決定される。

本発明の化粧料では、M3Tと、従来化粧料に使用されてきたM3Tとは異種のオルガノポリシロキサン(以下「シリコーン化合物」ということがある)とを併用することが好ましい。該従来のオルガノポリシロキサンとしては、25℃、1気圧下で、揮発性もしくは不揮発性の液状、ペースト状、すなわち液状と固体状の中間状態、ガム状、すなわち架橋していないか、もしくは僅かに架橋しており塑性変形を示すもの、弾性固体(エラストマー)状、非弾性固体状、固体の溶解液、粉体等の各種オルガノポリシロキサン、および、変性オルガノポリシロキサン等が挙げられ、より具体的には、例えば「化粧品原料基準」、「日本汎用化粧品原料集」に記載されている物を挙げることができる。M3Tは、これらのオルガノポリシロキサンとの相溶性に優れる。

本発明において、25℃、1気圧下で揮発性の液状オルガノポリシロキサン(揮発性シリコーン)は、1気圧下での沸点が300℃以下好ましくは250℃以下のものをいう。その例としては、珪素原子数が3~7であり、メチル基、エチル基、フェニル基、及び/又はトリフルオロプロピル基を有する直鎖状もしくは環状のポリシロキサンが挙げられ、好ましくは、珪素数が4~6の環状ジメチルポリシロキサン、珪素数が4または5の直鎖状ジメチルポリシロキサンが使用される。上記環状ジメチルポリシロキサンとしては、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン等が挙げられる。これらの、従来の揮発性シリコーンとM3Tを一緒に用いると、蒸発速度をコントロールしたり、官能特性を変化させたりすることができる。M3Tと該揮発性シリコーンとの混合質量割合は、99:1~1:99の範囲で任意に可能であるが、特に10:90~95:5の範囲が、M3Tを配合した効果がより顕著になるので、好ましい。

5

10

15

20

25

25℃、1気圧下で不揮発性の液状オルガノポリシロキサンとしては、不揮発性ジメチルポリシロキサンまたはメチルフェニルポリシロキサンが挙げられ、なかでも重合度10以上から3,000未満で、粘度(動粘度)6~100万cs(mm²/s)のものが好ましく、例えばKF96、KF54の商品名で(信越化学工業社製)市販されている。

また、M3Tは、25℃、1気圧下での状態が、ペースト状、ガム状、弾性固体状(エラストマー)または非弾性固体状のオルガノポリシロキサンを溶解し、膨潤し、または分散するための溶媒として、好適である。

ガム状のオルガノポリシロキサンとしては、RRSiO単位を有する置換又は非置換のオルガノポリシロキサン、例えばジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルフロロアルキルポリシロキサン等、または、それらの微架橋構造を有したものなどが挙げられ、なかでも、重合度3,000~20,000のジメチルポリシロキサンガムが好ましい。ガム状のオルガノポリシロキサンはM3Tを含む溶媒に溶解して用いても良いし、また界面活性剤を用いてM3Tと共に、水、多価アルコールまたはフッ素系油

剤中に分散して用いても良い。この際の分散粒子径は特に限定されないが、 $1 \text{ n m} \sim 50$   $\mu\text{m}$  の範囲であることが好ましい。

弾性固体(エラストマー)状のオルガノポリシロキサンとしては、例えば、後記する架橋型オルガノポリシロキサン等が挙げられる。該弾性固体状のオルガノポリシロキサンは、例えば粉体の形態で化粧料に配合され、その場合、粉体の形状としては球体およびその集合体が好ましい。

5

10

15

20

25

非弾性固体状のオルガノポリシロキサンとしては、一般にシリコーン樹脂化合物と呼ばれるもの、例えば、RRRSiO0.5単位(M単位)、RRSiO単位(D単位)、RSiO1.5単位(T単位)、SiO2単位(Q単位)を有し、平均式:RnSiO(4-n)/2 で表すことができるものが挙げられ、好ましくは、上式において、nの平均数が1~1.8の範囲に入るものが用いられる。ここで、Rは好ましくは炭素数1~30の置換または非置換の直鎖または分岐したアルキル基、フェニル基、およびアミノ基、ポリエーテル基、糖誘導体、グリセリル基、ポリグリセリル基を有する有機基を示し、Rは総でが同じでも異なっていても構わない。また、他のシリコーン系樹脂化合物としては、シリコーン変性プルラン(信越化学工業社製のシリル化ポリマーLーMPL等のトリメチルシリルプルラン等)やアクリルシリコーン共重合樹脂等のシリコーン系樹脂化合物が挙げられる。これらのうち特に、アクリルシリコーン共重合樹脂、フッ素変性シリコーン樹脂、トリメチルシロキシケイ酸(MQレジン)、ジメチルシロキシ基含有トリメチルシロキシケイ酸(MQレジン)、ジメチルシロキシ基含有トリメチルシロキシケイ酸(MQレジン)が使用性に優れていることから好ましい。

上記アクリルシリコーン共重合樹脂としては、アクリル/シリコーングラフト又はブロック共重合体であって、特にピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分、フルオロアルキル部分、アミノ部分からなる群より選ばれる少なくとも1部分を分子中に含有するシリコーン共重合化合物が、化粧料の耐久性が向上されるので好ましい。アクリルシリコーン共重合樹脂の例としては、信越化学工業社製KP545、KP561等が挙げられる。

8

他の非弾性固体状のオルガノポリシロキサンとして、ポリメチルシルセスキオキサン等のポリアルキルシルセスキオキサン(Tレジン、アルキル基は炭素数  $1 \sim 30$  の置換または非置換のもの)も使用され、特に球形状であり、一次粒子径が  $0.1 \sim 20~\mu$ m、より好ましくは  $1 \sim 7~\mu$ m の範囲に入るものが好ましい。該ポリアルキルシルセスキオキサンとしては、信越化学工業社製の KMP 590 等の球状シリコーン樹脂粉体が挙げられる。

5

10

20

25

M3Tは揮発速度が大きいため、上記のガム状、弾性固体状、または非弾性固体状のオルガノポリシロキサンをM3Tに溶解して用いると、被膜完成速度が速く、化粧料の耐久性を上げられる特徴がある。また、M3Tは膨潤もしくは分散媒としても優れ、不溶性のオルガノポリシロキサン粉体を化粧料に配合するのに適する。M3Tと、該ガム状、エラストマー状、非弾性固体状のオルガノポリシロキサンとの混合割合は、他の溶媒を用いない場合では99:1~20:80の範囲が好ましく、さらに好ましくは85:15~40:60である。これらのオルガノポリシロキサンは、化粧料に配合する前に、M3Tを含む溶媒にて溶解または分散させておくことが好ましい。

上記の不揮発性の液状、ペースト状、弾性固体状、もしくは非弾性固体状のオルガノポ 15 リシロキサンを化粧料へ配合する場合には、化粧料の総量に対して、好ましくは 0.01 ~80質量%の範囲である。

本発明の化粧料において、M3Tと変性オルガノポリシロキサンを共に用いると、変性オルガノポリシロキサンの官能特性等が改良され、特に油性感等が軽減されることから好ましい。ここで言う変性オルガノポリシロキサンとは、ジメチルオルガノポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン等の一般的なオルガノポリシロキサンのメチル基等を他の有機基で置換したものであり、例えば、フッ素変性オルガノポリシロキサン、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン、アミノ変性オルガノポリシロキサン、アルコール性水酸基含有オルガノポリシロキサン、グリセリル変性オルガノポリシロキサン、ポリグリセリル変性オルガノポリシロキサン、糖変性オルガノポリシロキサン、メチルまたはフェニル以外のアルキル変性オルガノポリシロキサン、アモジメチコーン等が挙げられるが、特に

フッ素変性オルガノポリシロキサン、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン、アミノ変性オルガノポリシロキサン、アルコール性水酸基含有オルガノポリシロキサン、グリセリル変性オルガノポリシロキサン、ポリグリセリル変性オルガノポリシロキサンが好ましい。これらの1種、または2種以上を組み合わせて用いるとM3Tの感触改善効果が実感しやすいので効果的である。

5

上記変性オルガノポリシロキサンの化粧料中への配合量としては、化粧料の総量に対して、好ましくは0.01~80質量%の範囲である。また、該変性オルガノポリシロキサンとM3Tとの混合質量割合としては、0.1~99.9~99.9:0.1の範囲で任意であることができ、好ましくは5:95~99:1である。

10 M3Tは、該変性オルガノポリシロキサンの中で界面活性剤となりうるもの(シリコー ン系界面活性剤)との相溶性に優れ、従って、該シリコーン系界面活性剤を配合した乳化 物に好適に配合できる。該界面活性剤になりうる変性オルガノポリシロキサンとしては、例 えばジメチルシロキサン鎖に対して、ポリオキシアルキレン基、部分的に置換されていて もよい炭素数2~30のアルキル基、アルコール性水酸基、フェニル基、グリセリル基、 糖変性基、オキサゾリン基、パーフルオロポリエーテル等からなる群より選ばれる少なく 15 とも1種の変性基を有し、且つ、ポリオキシアルキレン基、グリセリル基、糖変性基、パ ーフルオロポリエーテル基、アルコール性水酸基等の親水基を必須構成単位とする変性基 を、ペンダント基、末端基、またはブロック単位として有しているものが挙げられる。例 えば、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン(別名:ポリオキシアルキレン変性シリ 20 コーン、ポリエーテル変性シリコーン、又はポリエーテル変性シロキサン)、アルキル・ポ リオキシアルキレン共変性シリコーン (別名;ポリエーテルアルキル共変性シロキサン)、 フッ素化ジメチコノール、パーフルオロアルキル・ポリオキシアルキレン共変性シリコー ン、パーフルオロアルコキシ・ポリオキシアルキレン共変性シリコーン、グリセリル変性 シリコーン、パーフルオロアルキル・ポリグリセリル共変性シリコーン、グリコシル変性 シリコーン等が挙げられる。また、これらのシリコーン系界面活性剤のHLBとしては、 25

1~12の範囲にあるものが、M3Tとの相溶性に優れるので好ましく、さらに好ましく はHLBが1~9の範囲である。上記のポリエーテル変性オルガノポリシロキサンの例と しては、信越化学工業社製のKF6012、KF6015、KF6017、KF6026、 FPD6131等が挙げられる。

- 上記シリコーン系界面活性剤の配合量としては、化粧料の総量に対して0.1~20質 量%が好ましく、特に好ましくは0.5~10質量%である。

5

10

15

25

本発明では、M3Tと架橋型オルガノポリシロキサンを併用することで、化粧料の威触 改善効果が得られるので好ましい。その架橋度等によってエラストマー状、非弾性固体の 性状を示すものである。架橋型オルガノポリシロキサンとしては、一分子中に二つ以上の アルケニル基を含有するオルガノポリシロキサンと、Si-H結合を含有するオルガノハ イドロジェンポリシロキサンとの反応生成物であるものが好ましい。または、ポリオキシ アルキレン部分、アルキル部分、アルケニル部分、及びアリール部分からなる群より選ば れる少なくとも1部分を架橋分子中に含有する架橋型オルガノポリシロキサンも好適に使 用できる。さらには、架橋型オルガノポリシロキサンとしては、自重以上の低粘度オルガ ノポリシロキサンにより該架橋型オルガノポリシロキサンを予め膨潤させたものを用いる こともできる。該低粘度オルガノポリシロキサンとしては、25℃での粘度(動粘度)が0. 65~100mm²/sのオルガノポリシロキサンが挙げられる。該低粘度オルガノポリシロ キサンを含む架橋型オルガノポリシロキサンの例としては、例えば信越化学工業製のKS Gシリーズなどが挙げられる。

上記架橋型オルガノポリシロキサンは、粉体やペーストの状態で化粧料に配合すること 20 もできる。その粒径としては、一次粒子径が 0.1~50μmの範囲にあるものが好ましく、 その形状が球状であるものの例としては、信越化学工業製のKMP594等、架橋ポリマ - の表面をシルセスキオキサンで被覆したKSPシリーズなどが挙げられる。または形状 が球状であるものの集合体であるものが好ましい。また、該架橋型オルガノポリシロキサ ンの化粧料中への配合量としては、化粧料の総量に対して、0、01~50質量%が好ま

11

しい。

5

10

15

20

25

本発明の化粧料は、上記のオルガノポリシロキサンに加えて、フッ素系化合物を含有することが好ましい。一般にフッ素化合物は撥水撥油性であり、他の油剤などとの相溶性が悪いことが知られている。そのため、例えば分子内にフッ素原子を有するフッ素系界面活性剤であるパーフルオロアルキル・ポリオキシアルキレン共変性シリコーンやパーフルオロアルキル・ポリグリセリル共変性シリコーンが開発された。M3 T はこれらの界面活性剤と相溶性が良いだけでなく、低表面張力性液体であるため、フッ素系化合物との相溶性にも優れている場合が多い。

フッ素系化合物としては、25℃、1気圧下で液状、ペースト状、固体状のいずれの状態の化合物でも使用できる。上記フッ素系界面活性剤だけでなく、他のフッ素系化合物、例えば、フッ素変性シリコーン、パーフルオロポリエーテル、フッ化ピッチ、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタンなどのフルオロカーボン、フルオロアルコール、パーフルオロアルキルアルキルエーテルなどが挙げられるが、特にフッ素変性シリコーン、パーフルオロアルキルビフェニル変性シリコーンやパーフルオロポリエーテルが汎用性に富むことから好ましい。本発明の化粧料にこれらフッ素化合物を配合する場合には化粧料の総置に対して、好ましくは0.01~60質量%、更に好ましくは0.3~15質量%である。

本発明の化粧料は、上記の成分に加えて、紫外線防御成分を含有することが好ましい。 紫外線防御成分は、汗や水、皮脂などにより経時でとれてしまい、その効果が低下してしまう。そのため、従来、上記の従来のシリコーン系化合物やフッ素系化合物を製剤上用いて、その効果の持続を図っている。しかし、例えば D5 を配合した場合には揮発性が悪く、夏場でもなかなか揮発しないために、化粧塗膜が完成せず、紫外線防御効果が持続できない。これに対してM3 T は揮発性が高く、化粧塗膜の完成が早いので化粧持続性の向上に効果が高く、紫外線防御成分との組み合わせは効果的である。特にシリコーン系樹脂化合物と紫外線防御成分とM3 T を組み合わせて用いることが好ましい。

本発明において、紫外線防御成分としては、無機系と有機系の紫外線防御剤を用いるこ とが可能である。無機系の例としては、例えば二酸化チタン、低次酸化チタン、酸化亜鉛、 酸化セリウムなどの金属酸化物、水酸化鉄などの金属水酸化物、板状酸化鉄、アルミニウ ムフレークなどの金属フレーク類、炭化珪素などのセラミック類が挙げられる。このうち、 平均粒子径が5~100nmの範囲にある微粒子金属酸化物もしくは微粒子金属水酸化物 から選ばれる少なくとも一種であることが特に好ましい。これらの粉末は、従来公知の表 面処理、例えばフッ素化合物処理(パーフルオロアルキルリン酸エステル処理やパーフル オロアルキルシラン処理、パーフルオロポリエーテル処理、フルオロシリコーン処理、フ ッ素化シリコーン樹脂処理が好ましい)、シリコーン処理(メチルハイドロジェンポリシロ キサン処理、ジメチルポリシロキサン処理、気相法テトラメチルテトラハイドロジェンシ クロテトラシロキサン処理が好ましい)、シリコーン樹脂処理(トリメチルシロキシケイ酸 処理が好ましい)、ペンダント処理(気相法シリコーン処理後にアルキル鎖などを付加する 方法)、シランカップリング剤処理、チタンカップリング剤処理、シラン処理 (アルキルシ ランやアルキルシラザン処理が好ましい)、油剤処理、Nーアシル化リジン処理、ポリアク リル酸処理、金属石鹸処理(ステアリン酸やミリスチン酸塩が好ましい)、アクリル樹脂処 理、金属酸化物処理などで表面処理されていることが好ましく、さらに好ましくは、これ らの処理を複数組み合わせて用いることが好ましい。例えば、微粒子酸化チタン表面を酸 化ケイ素やアルミナなどの金属酸化物で被覆した後、アルキルシランで表面処理すること などが挙げられる。表面処理量としては、粉体質量に対して表面処理量の総計で0.1~5 0質量%の範囲にあることが好ましい。

10

15

20

25

また、有機系紫外線防御剤の例としては、例えばパラメトキシケイ皮酸 2 ーエチルヘキシル (別名; パラメトキシケイ皮酸オクチル)、2 ーヒドロキシー 4 ーメトキシベンゾフェノン、2 ーヒドロキシー 4 ーメトキシベンゾフェノンー 5 一硫酸、2、2'ージヒドロキシー 4 ーメトキシベンゾフェノン、p ーメトキシハイドロケイ皮酸ジエタノールアミン塩、

パラアミノ安息香酸(以後、PABAと略す)、エチルジヒドロキシプロピルPABA、グ

リセリルPABA、サリチル酸ホモメンチル、メチルーOーアミノベンゾエート、2ーエチルへキシルー2ーシアノー3、3ージフェニルアクリレート、オクチルジメチルPABA、サリチル酸オクチル、2ーフェニルーベンズイミダゾールー5ー硫酸、サリチル酸トリエタノールアミン、3ー(4ーメチルベンジリデン)カンフル、2、4ージヒドロキシベンゾフェニン、2、2'、4、4'ーテトラヒドロキシベンゾフェノン、2、2'ージヒドロキシー4、4'ージメトキシベンゾフェノン、2ーヒドロキシー4ーNーオクトキシベンゾフェノン、4ーイソプロピル ジベンゾイルメタン、4ーtertーブチルー4'ーメトキシジベンゾイルメタン、オクチルトリアゾン、4ー(3、4ージメトキシフェニルメチレン)ー2、5ージオキソー1ーイミダゾリジンプロピオン酸2ーエチルへキシル、これらの高分子誘導体、及びシラン誘導体等が挙げられる。

5

10

15

20

25

また、有機系紫外線防御剤がポリマー粉末中に封止されたものを用いることも可能である。 ポリマー粉末は中空であってもなくても良く、平均一次粒子径としては 0.1~50 μm の範囲にあれば良く、粒度分布はブロードであってもシャープであっても構わない。ポリマーの種類としてはアクリル樹脂、メタクリル樹脂、スチレン樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート、シリコーン樹脂、ナイロン、アクリルアミド樹脂等が挙げられる。これらのポリマー粉末中に、粉末質量の 0.1~30質量%の範囲で有機系紫外線防御剤を取り込ませた粉末が好ましく、特にUVA吸収剤である 4 ー t e r t ーブチルー 4'ーメトキシジベンゾイルメタンを配合することが好ましい。

上記の紫外線防御成分のうち、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、パラメトキシケイ皮酸2ーエチルヘキシル、4ーtertーブチルー4'ーメトキシジベンゾイルメタン、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤からなる群より選ばれる少なくとも1種が、汎用されており、入手が容易で、かつ紫外線防御効果が高いので、好ましい。特に、無機系と有機系を併用することが好ましい。また、UVーAに対応したものとUVーBに対応したものを組

み合わせて用いることも好適である。

5

10

15

20

本発明の化粧料における紫外線防御成分の配合量としては、無機系及び/又は有機系の合計で、化粧料に対して  $0.1\sim60$  質量%の範囲にあることが好ましく、特に好ましくは  $3\sim40$  質量%である。

本発明の化粧料は、上記の各成分に加えて、分子構造中にアルコール性水酸基を有する 化合物を含有することが好ましい。一般にアルコール性水酸基を有する化合物は、低級ア ルコール類を除くと、化粧料に配合した場合には、該化粧料を肌に塗布した後の乾燥時に タック性やべたつき感を感じてしまう場合が多く、この特性を処方上消すことが求められ ていた。M3 Tは上記塗布後の乾燥時のべたつきを官能的に緩和する効果があり、該アル コール性水酸基を有する化合物とM3 Tとの併用は、官能的な効果が高い。

本発明でいうアルコール性水酸基を有する化合物とは、一価アルコール、多価アルコール、ステロール類、糖類、糖アルコール類、糖誘導体等から選ばれることが好ましい。特に一価アルコール、多価アルコール、糖類、糖アルコール類の1種、または2種以上が好ましい。これらの具体例としては下記の化合物が挙げられ、これらは単独または組み合わせて使用することが可能である。

アルコール類としては、エタノール、プロパノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース、マルチトール等の糖アルコール等、ステロールとして、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等、ブドウ糖、ショ糖、乳糖、ラフィノース、トレハロース、キシリトール、グリセリン、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、トリアロピレングリコール、チリアロピレングリコール、トリエチレングリコール、ポリグリセリン、ヒアルロン酸及びその塩、コンドロイチン硫酸及びその塩、ピロリドンカルボン酸塩、ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ポリオキシプロピレンメチルグルコシド、エチルグルコシド等が挙げられる。

25 本発明の化粧料における、アルコール性水酸基を有する化合物の配合量としては、化粧

料に対して0.01~95質量%の範囲が好ましく、さらに好ましくは0.1~50質量%である。

また、本発明のM3Tは増粘剤に対しても、アルコール性水酸基を有する化合物に対する 効果と同様の官能的効果を奏する。増粘剤としては、アラビアゴム、トラガカント、アラ ビノガラクタン、ローカストビーンガム (キャロブガム)、グアーガム、カラヤガム、カラ 5 ギーナン、ペクチン、寒天、クインスシード(マルメロ)、デンプン(コメ、トウモロコシ、 バレイショ、コムギ)、アルゲコロイド、トラントガム、ローカストビーンガム等の植物系 高分子、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等の微生物系高分 子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチル デンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン系高分子、メチルセルロース、 10 エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、 ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ニトロセルロース、セル ロース硫酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セル ロース末のセルロース系高分子、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコー ルエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチルエーテル、ポリビニルピロリドン、 15 カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリエチレングリコール等のポリオキシ エチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリア クリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリル酸アミド等のアクリル系高 分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマー、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグ ネシウム、ラポナイト、スメクタイト、サポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機 20 系増粘剤などが挙げられる。

また、他の増粘剤として、油溶性ゲル化剤があり、例えば、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリステート等の金属セッケン、Nーラウロイルートーグルタミン酸、α、γージーnーブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2ーエチルへキサ

ン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリナイト、オクタデシルジメチルベンジルアンモニウムモンモリナイト等の有機変性粘土鉱物等から選ばれる少なくとも1種のゲル化剤を用いることができる。

5

10

15

20

25

本発明の化粧料における増粘剤の配合量としては、化粧料に対して  $0.01 \sim 95$  質量% の範囲が好ましく、さらに好ましくは  $0.1 \sim 50$  質量%である。

さらに、本発明の化粧料は、上記の成分と共に粉体、着色料から選ばれる1種、または2種以上を含有することが好ましい。粉体、着色料を含んだ化粧料は一般的に化粧崩れが目立つことが問題の一つになっている。粉体、着色料はバインダーと呼ばれる油剤や樹脂によって肌に固定されているが、この際に揮発性溶媒などの成分が肌に残っていると塗膜がなかなか完成せず、化粧崩れの原因の一つとなる。M3Tは揮発性に適度に富むため、化粧を行っている最中や化粧直し時によれやくずれを惹起したりすることなく、化粧終了後には速やかに揮散するため、粉体、着色料を含む化粧料に配合することが好ましい。

本発明で用いる粉体、着色料の例としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、

その形状(球状、棒状、針状、板状、不定形状、鱗片状、紡錘状等)や粒子径(煙霧状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質等)を問わず、いずれのものも使用することができ、例えば無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等があげられ、具体的には、無機粉体としては、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、

5

10

15

20

25

ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナ イト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アル ミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化ボロン、シリカ等;有機粉体としては、ポ リアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウ ダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリ メチルベンゾグアナミンパウダー、ポリテトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメ タクリレートパウダー、セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12ナイロン、 6 ナイロン、アクリルパウダー、アクリルエラストマー、スチレン・アクリル酸共重合体、 ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素 樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネイト樹脂、 微結晶繊維粉体、デンプン末、ラウロイルリジン等;界面活性剤金属塩粉体(金属石鹸) としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ス テアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セチルリン酸 亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン酸亜鉛ナトリウム等;有色顔料としては、酸 化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、γー酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、 黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイ オレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コ バルト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、タール系 色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した 合成樹脂粉体等;パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆マイカ、オ キシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、 酸化チタン被覆着色雲母等;金属粉末顔料としては、アルミニウムパウダー、カッパーパ ウダー、ステンレスパウダー等;タール色素としては、赤色3号、赤色104号、赤色1 06号、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤 色226号、赤色227号、赤色228号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、

黄色 4 号、黄色 5 号、黄色 2 0 2 号、黄色 2 0 3 号、黄色 2 0 4 号、黄色 4 0 1 号、青色 1 号、青色 2 号、青色 2 0 1 号、青色 4 0 4 号、緑色 3 号、緑色 2 0 1 号、緑色 2 0 4 号、緑色 2 0 4 号、緑色 2 0 6 号、橙色 2 0 7 号等;天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から選ばれる粉体が挙げられる。これらの粉体も、前記同様に本発明の効果を妨げない範囲で、粉体の複合化や一般油剤、シリコーン油、フッ素化合物、界面活性剤等で処理したものも使用することができる。例えば、フッ素化合物処理、シリコーン樹脂処理、ベンダント処理、シランカップリング剤処理、チタンカップリング剤処理、油剤処理、Nーアシル化リジン処理、ポリアクリル酸処理、金属石鹸処理、アミノ酸処理、無機化合物処理、プラズマ処理、メカノケミカル処理などによって事前に表面処理、または改質処理をされていてもいなくてもかまわないし、必要に応じて1種、または2種以上の表面処理及び/又は改質処理を併用することができる。本発明ではこれらの粉体の1種以上を組み合わせて使用することができる。

5

10

20

25

本発明の化粧料における、粉体及び/又は着色料の配合量としては、化粧料の剤型によって大幅に異なるがおおむね0.1~99質量%であり、好ましくは1~70質量%である。

本発明の化粧料には、上記の各成分の他に、通常、化粧料に用いられる油剤、界面活性 剤、防腐剤、香料、保湿剤、塩類、溶媒、酸化防止剤、キレート剤、中和剤、p H調整剤、 昆虫忌避剤、生理活性成分等の各種成分を、本発明の目的を損なわない範囲で使用するこ とができる。

油剤の例としては、例えばアボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カポックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、セラックロウ、タートル油、大豆油、茶

5

10

15

20

25

実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、 胚芽油、馬脂、パーシック油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ 油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、マカデミ アナッツ油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタン ロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリン、 液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノ リン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、POEラノリンアルコールエーテル、P OEラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水 **素添加ラノリンアルコールエーテル、卵黄油等;炭化水素油として、オゾケライト、スク** ワラン、スクワレン、セレシン、パラフィン、パラフィンワックス、流動パラフィン、プ リスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等;高級脂肪酸 としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデ シレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸 (EPA)、ドコサヘキサエン酸(DHA)、イソステアリン酸、12一ヒドロキシステア リン酸等;高級アルコールとしては、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パル ミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコー ル、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチル ドデカノール、セトステアリルアルコール、2ーデシルテトラデシノール、コレステロー ル、フィトステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエー テル (バチルアルコール)、モノオレイルグリセリルエーテル (セラキルアルコール) 等; エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピ ン酸ジー2一へプチルウンデシル、モノイソステアリン酸Nーアルキルグリコール、イソ ステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、ジー2ーエチ ルヘキサン酸エチレングリコール、2ーエチルヘキサン酸セチル、トリー2ーエチルヘキ サン酸トリメチロールプロパン、テトラー2ーエチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、

オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、イソノナン酸イソノニル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2ーエチルへキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジー2ーエチルへキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2ーエチルへキシル、パルミチン酸2ーへキシルデシル、パルミチン酸2ーへプチルウンデシル、12ーヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2ーへキシルデシル、ミリスチン酸オフチルドデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸へキシルデシル、ジメチルオクタン酸へキシルデシル、ラウリン酸エチル、リンゴ酸ジイソステアリル等;グリセライド油としては、アセトグリセリル、トリイソオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、モノステアリン酸グリセリル、ジー2ーへプチルウンデカン酸グリセリル、トリミリスチン酸グリセリル、ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセリル等が挙げられる。

また、界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、特に制限されるものではなく、通常の化粧料に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。以下に具体的に例示すると、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合等のカルボン酸塩、アルキルスルホン酸、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキル酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、

5

10

15

20

25

アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリン酸塩、Nーアシルアミノ酸系活性剤等;カ チオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪 酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ピリ ジウム塩、イミダゾリウム塩等;非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エス テル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコー ル脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポ リオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキ シェチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシ エチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、 ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコー ル脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポ リオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエー テル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエ ーテル、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等;両性界面活性剤としては、ベタ イン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体等が挙げられる。界面活性剤の配合量と しては、化粧料の総量に対して0.1~20質量%が好ましく、更に好ましくは0.5~ 10質量%である。また、界面活性剤は1種、または2種以上を用いることが可能である。 防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウ ム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息 香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、パラク ロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジ ン、トリクロロカルバニリド、トリクロサン、感光素、フェノキシエタノール等がある。 本発明で用いる生理活性成分としては、皮膚に塗布した場合に皮膚に何らかの生理活性 を与える物質が挙げられる。例えば、抗炎症剤、老化防止剤、紫外線防御剤、ひきしめ剤、

抗酸化剤、発毛剤、育毛剤、保湿剤、血行促進剤、抗菌剤、殺菌剤、乾燥剤、冷感剤、温

感剤、ビタミン類、アミノ酸、創傷治癒促進剤、刺激緩和剤、鎮痛剤、細胞賦活剤、酵素 成分等が挙げられる。その中でも、天然系の植物抽出成分、海藻抽出成分、生薬成分が特 に好ましい。本発明では、これらの生理活性成分を1種、または2種以上配合することが 好ましい。

これらの成分としては、例えばアシタバエキス、アボガドエキス、アマチャエキス、ア 5 ルテアエキス、アルニカエキス、アロエエキス、アンズエキス、アンズ核エキス、イチョ ウエキス、ウイキョウエキス、ウコンエキス、ウーロン茶エキス、エイジツエキス、エチ ナシ葉エキス、オウゴンエキス、オウバクエキス、オウレンエキス、オオムギエキス、オ トギリソウエキス、オドリコソウエキス、オランダカラシエキス、オレンジエキス、海水 10 乾燥物、海藻エキス、加水分解エラスチン、加水分解コムギ末、加水分解シルク、カモミ ラエキス、カロットエキス、カワラヨモギエキス、甘草エキス、カルカデエキス、カキョ クエキス、キウイエキス、キナエキス、キューカンバーエキス、グアノシン、クチナシエ キス、クマザサエキス、クララエキス、クルミエキス、グレープフルーツエキス、クレマ ティスエキス、クロレラエキス、クワエキス、ゲンチアナエキス、紅茶エキス、酵母エキ ス、ゴボウエキス、コメヌカ発酵エキス、コメ胚芽油、コンフリーエキス、コラーゲン、 コケモモエキス、サイシンエキス、サイコエキス、サイタイ抽出液、サルビアエキス、サ ボンソウエキス、ササエキス、サンザシエキス、サンショウエキス、シイタケエキス、ジ オウエキス、シコンエキス、シソエキス、シナノキエキス、シモツケソウエキス、シャク ヤクエキス、ショウブ根エキス、シラカバエキス、スギナエキス、セイヨウキズタエキス、 セイヨウサンザシエキス、セイヨウニワトコエキス、セイヨウノコギリソウエキス、セイ ヨウハッカエキス、セージエキス、ゼニアオイエキス、センキュウエキス、センブリエキ ス、ダイズエキス、タイソウエキス、タイムエキス、茶エキス、チョウジエキス、チガヤ エキス、チンピエキス、トウキエキス、トウキンセンカエキス、トウニンエキス、トウヒ エキス、ドクダミエキス、トマトエキス、納豆エキス、ニンジンエキス、ニンニクエキス、 ノバラエキス、ハイビスカスエキス、バクモンドウエキス、ハスエキス、パセリエキス、

15

20

25

蜂蜜、ハマメリスエキス、パリエタリアエキス、ヒキオコシエキス、ビサボロール、ビワエキス、フキタンポポエキス、フキノトウエキス、ブクリョウエキス、ブッチャーブルームエキス、ブドウエキス、プロポリス、ヘチマエキス、ベニバナエキス、ペパーミントエキス、ボダイジュエキス、ボタンエキス、ホップエキス、マツエキス、マロニエエキス、ミズバショウエキス、ムクロジエキス、メリッサエキス、モモエキス、ヤグルマギクエキス、ユーカリエキス、ユキノシタエキス、ユズエキス、ヨクイニンエキス、ヨモギエキス、ラベンダーエキス、リンゴエキス、レタスエキス、レモンエキス、レンゲソウエキス、ローズエキス、ローズマリーエキス、ローマカミツレエキス、ローヤルゼリーエキス等を挙げることができる。

5

10 また、デオキシリボ核酸、ムコ多糖類、ヒアルロン酸ナトリウム、コンドロイチン硫酸 ナトリウム、コラーゲン、エラスチン、キチン、キトサン、加水分解卵殻膜などの生体高 分子、グリシン、ヴァリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオニン、フェニルア ラニン、アルギニン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸、シスチン、システイン、 メチオニン、トリプトファン等のアミノ酸、エストラジオール、エテニルエストラジオー ルなどのホルモン、アミノ酸、乳酸ナトリウム、尿素、ピロリドンカルボン酸ナトリウム、 15 ベタイン、ホエイなどの保湿成分、スフィンゴ脂質、セラミド、コレステロール、コレス テロール誘導体、リン脂質などの油性成分、 ε ーアミノカプロン酸、グリチルリチン酸、 **βーグリチルレチン酸、塩化リゾチーム、グアイアズレン、ヒドロコルチゾン、アラント** イン、トラネキサム酸、アズレン等の抗炎症剤、ビタミンA,B2,B6,C,D,E, パントテン酸カルシウム、ビオチン、ニコチン酸アミド、ビタミンCエステル等のビタミ 20 ン類、アラントイン、ジイソプロピルアミンジクロロアセテート、4ーアミノメチルシク ロヘキサンカルボン酸等の活性成分、トコフェロール、カロチノイド、フラボノイド、タ ンニン、リグナン、サポニン、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエ ン、フィチン酸等の抗酸化剤、 $\alpha$ ーヒドロキシ酸、 $\beta$ ーヒドロキシ酸などの細胞賦活剤、

25 γーオリザノール、ビタミンΕ誘導体などの血行促進剤、レチノール、レチノール誘導体

5

10

15

20

25

p H調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、d I ーリンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等が挙げられ、またキレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等が挙げられる。

溶媒の例としては、精製水、ミネラルウォーター等の水以外に、軽質流動イソパラフィン、エーテル類、LPG、Nーメチルピロリドン、次世代フロン等が挙げられる。

本発明の化粧料の用途は、特に限定は無く、スキンケア製品、頭髪製品、制汗剤製品、メイクアップ製品、紫外線防御製品、香料溶剤等が好ましい用途として挙げられる。例えば、乳液、クリーム、ローション、カラミンローション、サンスクリーン剤、サンタン剤、アフターシェーブローション、プレシェーブローション、パック料、クレンジング料、洗顔料、アクネ対策化粧料、エッセンスなどの基礎化粧料、ファンデーション、白粉、アイシャドウ、アイライナー、アイブロー、チーク、ネイルカラー、リップクリーム、口紅などのメイクアップ化粧料、シャンプー、リンス、コンディショナー、ヘアカラー、ヘアトニ

ック、セット剤、ボディーパウダー、育毛剤、デオドラント、脱毛剤、石鹸、ボディーシャンプー、入浴剤、ハンドソープ、香水などがあげられる。

また、製品の形態についても特に限定は無く、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、粉末状、多層状、ムース状、スプレー状等であってよい。この内、特に、M3Tと水とを配合し、かつ乳化型製剤または多層分散型製剤またはゲル製剤またはスプレー製剤としたものが好ましい。

### 実施例

5

以下、実施例、比較例を用いて本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらによって限 10 定されるものではない。また、以下に記載する「%」は、特に断らない限り「質量%」を 意味する。

# M 3 Tの調製-1

水1800gおよびメタノール200gを反応器に仕込んだ。反応器を氷冷しながら撹 拌を行い、トリメチルクロロシラン420g、メチルトリクロロシラン150gの混合物 を滴下して加水分解を行なった。滴下終了後、2時間熟成した。冷却後、廃酸を分離し、 さらに水洗を行い、中和した。無水硫酸ナトリウムを添加して乾燥後、蒸留によってM3 Tを得た。沸点は 73~74℃/20mmHgであり、収量93g(収率30%)であ った。

20

25

# <u>M3Tの調製-2</u>

メチルトリメトキシシラン136g、ヘキサメチルジシロキサン324gおよびメタノール64gを反応器に仕込んだ。反応器を氷冷しながら、濃硫酸10gを添加して撹拌を行い、水32.4gとメタノール32.4gの混合物を滴下して加水分解した。滴下終了後、30分熟成し、水洗を行い触媒及びアルコールを除去した。無水硫酸ナトリウムを添

加して乾燥後、蒸留を行うことによってM 3 T を得た。沸点は、 $73 \sim 74 \text{ $\mathbb{C}$/ }20 \text{ mm}$  H g で あり、収量は 216g (収率 70%) で あった。

上記の何れかの方法によって合成されたM 3 T をガスクロマトグラフィーによって分析を行った結果、純度 9 9 . 3 %であることがわかった。また $^{29}$  S  $_{1}$   $_{1}$   $_{2}$   $_{3}$  N  $_{4}$  N  $_{5}$   $_{5}$   $_{1}$  N  $_{1}$  N  $_{2}$  R  $_{3}$   $_{4}$   $_{5}$   $_{5}$   $_{1}$  N  $_{5}$  R  $_{5}$   $_{1}$  N  $_{5}$  R  $_{1}$  N  $_{5}$  R  $_{5}$   $_{1}$  N  $_{5}$  R  $_{5}$  N  $_{5}$  N  $_{5}$  R  $_{5}$  N  $_{7}$  N  $_{5}$  N  $_{7}$  N  $_{7}$  N  $_{7}$  N  $_{7}$  N  $_{5}$  N  $_{7}$  N

# 実施例1:紫外線防御化粧下地料

5

10 シリコーン系樹脂化合物の一種であるトリメチルシロキシケイ酸を 5 0 質量%濃度でM 3 Tに溶解した溶解液を調製し、下記表の処方に従って紫外線防御化粧下地料を作製した。

	3 「に治所した治所及を調製し、「記扱の処力に促つ(糸外線的側孔	仕 ドルイナで TF級し	) / <u>:</u>
	(成分A)	(%	)
	(1)シリコーン処理微粒子酸化チタン	4	
	(2) M3T	1 0	
15	(3) KF6017	1	
	(成分B)		
	(4)シリコーン処理微粒子酸化亜鉛	6	
	(5) パーフルオロアルキルリン酸エステル処理着色肌色マイカ	0.5	
	(成分C)		
20	(6)架橋型オルガノポリシロキサン球状粉末(エラストマー)	4	
	(7) ジメチルポリシロキサン(KF96A-6)	2	
	(8)フッ素化ジメチコノール	1	
	(9) <sub>M</sub> 3T	1 5	
	(10)トリメチルシロキシケイ酸溶液	6	
25	(11)パラメトキシケイ皮酸オクチル	3	

WO 01/15658 PCT/JP00/05838 0.5 (12) パーフルオロポリエーテル (成分D) 10 (13) エチルアルコール (14)精製水 残 量 (15) アロエエキス 1 5 (16) ハマメリスエキス 1 0.5 (17) ハイビスカスエキス

KF6017(信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体(HL

10 B=4.6)

KF96A-6 (信越化学工業社製): 粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

# (製法)

- 工程1 成分Aをローラーミルにて粉砕しペースト化した。
- 工程2 成分Cを素混合し、ミキサーを用いて良く粉砕した。
- 15 工程3 成分Bと成分Cを混合し、良く分散した後成分Aを加え、更に良く混合した。
  - 工程 4 ついで、均一に溶解した成分 D を加え良く撹拌した後、ステンレスボールととも に容器に充填して製品を得た。

#### 実施例2

20 実施例 1 の表中成分 A の M 3 T の 代わりに D 4 を 用いた他は全て実施例 1 と同様にして 製品を得た。

#### 比較例1

実施例1において全てのM3Tの代わりにD5を用いた他は全て実施例1と同様にして 25 製品を得た。

# 比較例 2

実施例1で用いたトリメチルシロキシケイ酸溶解液のM3Tと成分CのM3Tの代わり

にD5を用い、成分Aの代わりにD5を用いた他は全て実施例1と同様にして製品を得た。

以上で得られた実施例1、2および比較例1、2の製品について下記評価試験を行った。 [官能特性評価・化粧効果の持続性評価方法]

5 専門パネラー10名を用いて試作品の官能特性を評価した。各官能特性に関して優れている場合を+5点、劣っている場合を0点としその間を計4段階で評価し、全員の点数の合計を持って評価結果とした。従って点数が高いほど評価が高いことを示す。また化粧効果の持続性は、半顔ずつ実施例及び比較例の化粧下地料を使用した上から市販の夏用ファンデーションを使用し、その際の化粧持ちから同様の評価方法により判断した。

10

評価結果を下表に示した。試験結果より、本発明の実施例は比較例と比べて化粧効果の 持続性に優れ、かつ塗布時、経時での油性感が少なくさっぱりとした感触を持つという結 果が得られた。特に化粧効果の持続性に関しては、皮脂による崩れが少ないことがわかっ た。また、いずれのサンプルも使用後に肌に異常は認められなかった。

15

	成分A中の揮発性 シリコーン	成分C中の揮発性 シリコーン	化粧効果の持続性	さっぱりとした感触
実施例 1	мзт	M3T	4 2	3 9
実施例 2	D 4	мзт	4 4	4 0
比較例1	D 5	D 5	2 9	1 6
比較例 2	D 4	D 5	3 2	2 2

実施例 3、4、及び5:日中用美白クリーム

下記処方により美白クリームを調製した。

	実施例	3	4	5
20	(成分A)(%)			
	(1) KF6017	1	1	1
	(2) KF6026	_	_	2

	(3) KF56		5		5		į	5		
	(4) KF995	1	2		3		-	-		
	(5) M3T	1	0	1	9	1	1 2	2		
	(成分B)									
5	(6) グリセリン		5		5		;	5		
	(7) ジプロピレングリコール	1	0	1	0	•	1 (	0		
	(8)パラオキシ安息香酸メチル		0. 2		0. 2		(	0.	2	
	(9)アスコルビン酸硫酸エステルナトリウム		0.1		0.1		(	0.	1	
	(10)アスコルビン酸リン酸エステルナトリウム		0.1		0.1		(	0.	1	
10	(11) γーアミノ酪酸		0.1		0.1		(	0.	1	
	(1 2) リンゴ種子核抽出物(抗酸化剤)		0.1		0.1		(	0.	1	
	(13)塩化ナトリウム		0.9		0.9		(	0.	9	
	(14)香料		0. 1		0.1		(	0.	1	
	(15)精製水	:	残量		残量		3	浅量	:	

PCT/JP00/05838

15

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

20 KF56 (信越化学工業社製):メチルフェニルポリシロキサン

KF995(信越化学工業社製):デカメチルシクロペンタシロキサンシロキサン (D5)

(製法)

WO 01/15658

工程1 成分Aを60℃で加熱溶解する。

工程2 成分Bを60℃で加熱溶解する。

25 工程3 成分Bに成分Aを撹拌しながら添加して乳化混合する。

工程 4 ついで、撹拌しながら30℃まで冷却し、容器に充填して製品とした。

### 比較例3

実施例4のM3Tの代わりにD4を用いた他は、全て実施例4と同様にして製品を得た。

# 5 比較例4

10

15

実施例5のM3Tの代わりにD4を用いた他は、全て実施例5と同様にして製品を得た。以上で得られた実施例3~5および比較例3、4の製品について下記評価試験を行った。 「官能特性評価・化粧効果の持続性評価方法」

専門パネラー10名を用いて試作品の官能特性を評価した。「感触がなめらかであるか否か」の官能特性に関して優れている場合を+5点、劣っている場合を0点としその間を計4段階で評価し、全員の点数の合計を持って評価結果とした。従って点数が高いほど評価が高いことを示す。また低温安定性評価は、試作品を0 $^{\circ}$  に保管し、室温に戻したときの製品の分離状況から安定性を目視評価した。

評価結果を下表に示した。試験結果より、本発明の実施例は比較例と比べて低温安定性に優れ、かつD4を用いた製剤と比べて感触的にも同等かやや優れているという結果が得得られた。更に、従来のシリコーン系乳化技術がそのまま適用でき、D5との併用が可能でありD4と比べてややドライフィール(乾燥感)が抑制されているという良好な結果が得られた。また、いずれのサンプルも使用後に肌に異常は認められなかった。

	低温安定性試験	感触のなめらかさ
実施例3	問題なし	4 3
実施例 4	問題なし	4 4
実施例5	問題なし	4 2
比較例3	やや分離	4 1
比較例 4	分離	3 9

#### 20 実施例6:サンスクリーン剤

下記の処方に従ってサンスクリーン剤を作製した。紫外線防御成分としては、パラメト キシケイ皮酸2-エチルヘキシル、処理微粒子酸化チタン、処理微粒子酸化亜鉛、処理黄

色微粒子酸化チタンを用い、シリコーン系樹脂化合物としてトリメチルシロキシケイ酸を 用いた。

尚、処理微粒子酸化チタンとしては、平均粒子径17mmのシリカ・アルミナで被覆さ れた微粒子酸化チタンをオクチルトリメトキシシランにて8重量%の被覆量で被覆し、1 60℃にて加熱処理したものを用い、処理微粒子酸化亜鉛としては、平均粒子径50nm のシリカ処理微粒子酸化亜鉛をメチルハイドロジェンポリシロキサンにて3重量%の被覆 畳で被覆し170℃にて加熱処理したものを用いた。また、処理黄色微粒子酸化チタンと してはシリカ処理した鉄ドーピング微粒子酸化チタンをメチルハイドロジェンポリシロキ サンにて3重量%の被覆量で被覆し130℃にて加熱処理したものを用いた。

5

10	成分A	(%)		
	処理微粒子酸化チタン	8	. (	0
	M 3 T	1 2	. (	0
	成分B			
	処理黄色微粒子酸化チタン	0	. 8	8
15	処理微粒子酸化亜鉛	1 7	. (	0
	成分C			
	三次元架橋型オルガノポリシロキサン球状粉末(エラストマー)	) 1	. (	0
	ジメチコノール	6	. (	0
	M 3 T	1 7	. (	0
20	トリメチルシロキシケイ酸	6	. (	0
	パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル	1 0	. (	0
	成分D			
	エチルアルコール	5	. (	О
	精製水	残	i	Ŧ
25	アロエエキス	0	. :	5

成分Aをローラーミルを用いて粉砕しペースト化した。成分Cを素混合し、ミキサーを用いてよく粉砕した。成分Bと成分Cを混合し、よく分散した後、成分Aを加え、さらによく混合した。次いで均一に溶解した成分Dを加え、よく撹拌した後、ステンレスボールと共に容器に充填して製品を得た。

# <u>比較例 5</u>

5

15

実施例6のM3Tの代わりにD4を用いた他は全て実施例6と同様にして製品を得た。

# <u>比較例 6</u>

10 実施例6のM3Tの代わりにD5を用いた他は全て実施例6と同様にして製品を得た。 実施例6及び比較例5、6について下記評価試験を行った。

#### [官能特性評価]

専門パネラー10名を用いて、製品の官能特性を評価した。「紫外線防御効果の持続性が高いか否か」、「感触が良いか否か」の各官能特性に関して、優れている場合を+5点、劣っている場合を0点とし、その間を計4段階で評価し、全員の点数の合計を以て評価結果とした。従って、点数が高いほど、評価が高いことを示す。

# [低温時安定性試験]

0℃の恒温層に製品を放置した場合に製剤中での結晶の析出の有無を目視判定した。

持続性が高い 感触が良い 低温時の安定性試験

20			<del></del>	
	実施例 6	4 4	4 2	問題無し
	比較例 5	4 5	4 3	問題あり(析出)
	比較例 6	3 8	3 0	問題無し

25 上記表に示した試験結果より、本発明の実施例は比較例と比べて優れていることが判る。

比較例 5 は、M 3 T の代わりに D 4 を用いた例であるが、揮発性が高く、紫外線防御効果の持続性にも優れていたが、低温時には D 4 の析出が発生した。このため、冬用製品には使用ができないことが判った。また、比較例 6 では M 3 T の代わりに D 5 を用いたが、感触が油っぽくなる問題が認められた。これに対して本実施例 6 は、全体的に感触面、効果の持続性、製剤の安定性に優れた結果を示した。さらには、M 3 T を配合することによる人体の皮膚への安全性の問題もなかった。

# 実施例7:サンスクリーン剤 (クリーム)

5

	(成分)	(%)	
10	1. M3T	20.	0
	2. 流動パラフィン	10.	0
	3. KF6017	1.	9
	4. KF6026	4.	0
	5. 4ーtーフヂルー 4 'ーメトキシジベンゾイルメタン	7.	0
15	6. ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド	0.	8
	7. ビタミンEアセテート	0.	1
	8. エタノール	1.	0
	9. スメクタイト	1.	2
	1 0. 防腐剤	適	量
20	1 1. 香料	適	
	1 2. 精製水	残	量

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレ 25 ンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

# (製造方法)

A:成分1~7及び10を加熱混合する。

B:成分8、9及び12を加熱し均一に分散混合する。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分11を添加しサンスクリーン剤(ク 5 リーム)を得た。

以上のようにして得られたサンスクリーン剤(クリーム)は、キメが細かく、のびが良く、べとつきが無いため砂が全くつかず、使用性が非常に良いことがわかった。また、化粧持ちも良いため、紫外線防止効果も持続し、温度や経時的に変化もなく安定性にも優れていることがわかった。

10

### 実施例8:サンスクリーン剤(クリーム)

	(成分)	(9	6)
	1. M3T	18.	0
	2. KF56	2.	0
15	3. 流動パラフィン	1.	5
	4. KF6012	4.	0
	5. パラメトキシ桂皮酸オクチル	5.	0
	6.1.3ーブチレングリコール	4.	0
	7. 塩化ナトリウム	1.	0
20	8. 防腐剤	適	量
	9. 香料	適	量
	1 0. 精製水	残	量

KF56 (信越化学工業社製):メチルフェニルポリシロキサン

KF6012 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシ

25 ロキサン共重合体(HLB=7.0)

# (製造方法)

A:成分1~5を加熱混合する。

B:成分6~8及び10を加熱溶解する。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分9を添加しサンスクリーン剤(クリーム)を得た。

以上のようにして得られたサンスクリーン剤(クリーム)は、キメが細かく、のびが良く、 適度なしっとり感があり、使用性が非常に良いことがわかった。また、耐水性や耐汗性に 優れて化粧持ちも良く、紫外線防止効果も持続し、温度や経時的に変化もなく安定性にも 優れていることがわかった。

10

5

# 実施例9:サンスクリーン剤 (クリーム)

	(成分)	(%	6)
	1. M3T	17.	5
	2. KP545	12.	0
15	3.トリイソオクタン酸グリセリル	5.	0
	4. パラメトキシケイ皮酸オクチル	6.	0
	5. KSG21	5.	0
	6. KF6017	1.	0
	7. 親油化処理酸化亜鉛	20.	0
20	8. 塩化ナトリウム	0.	5
	9. 1、3ーブチレングリコール	2.	0
	1 0. 防腐剤	適	量
	1 1. 香料	適	量
	1 2. 精製水	残	量

25 KP545 (信越化学工業社製);アクリルシリコーン共重合樹脂/デカメチルシクロペンタシ

#### ロキサン30%溶液

KSG21 (信越化学工業社製): 架橋型ポリエーテル変性メチルポリシロキサン/ジメチルポリシロ キサン

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HL

5 B = 4.6

(成分)

### (製造方法)

A:成分1の一部に成分2を加えて均一にし、成分7を添加してビーズミルにて分散する。 B:成分1の残部と及び3~6を混合し、均一に混合する。

C:成分8~10及び12を混合、溶解する。

10 D:BにCを加えて乳化し、A及び成分11を加添加してサンカットクリームを得た。 以上のようにして得られたサンスクリーン剤(クリーム)は、べたつきがなく、のびが 良く、しかも、密着感に優れ、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、温度 や経時的にも非常に安定であることがわかった。

(%)

# 15 実施例 1 0:サンスクリーン剤 (化粧水)

		\- <b>\</b>
	1. M3T	1 4. 0
	2. KF615A	10.0
	3. スクワラン	1. 5
20	4. パラメトキシ桂皮酸オクチル	3. 0
	5. チタンTTO一S2	2. 0
	6. 1、3ーブチレングリコール	10.0
	7. 塩化ナトリウム	2. 0
	8. ヒープロリン	0. 1
25	9. 2ーヒドロキシオクタン酸	1. 0

	10.2-ヒドロキシプロパン酸	5.	0
	11. 水酸化ナトリウム	適	量
	1 2. 防腐剤	適	量
	1 3. 香料	適	量
5	1.4. 精製水	残	<b>a</b>

KF615A (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (H L B = 1 4. 0)

PCT/JP00/05838

チタンTTO一S 2 (堺化学社製): 疎水化処理超微粒子酸化チタン (製造方法)

10 A:成分6~14を均一溶解する。

15

WO 01/15658

B:成分1~4を混合し、成分5を加えて均一にする。

C:攪拌下、AにBを徐添、乳化して日焼け止め化粧水を得た。

以上のようにして得られたサンスクリーン剤(化粧水)は、のびが良く、適度なしっと り感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、皮膚になじみやすく、日焼け止め効 果に優れており、また、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

# 実施例11:サンスクリーン剤(乳液)

	(成分)	(%)
	1. M3T	25.0
20	2. モノイソステアリン酸ジグリセリル	1. 5
	3. ペンタイソステアリン酸デカグリセリル	1. 5
	4. KF6012	0.5
	5. オリーブ油	1. 0
	6. 微粒子酸化チタン	7. 0
25	7. グリセリン	5. 0

 8. 塩化ナトリウム
 1.5

 9. 防腐剤
 適量

 10.香料
 適量

PCT/JP00/05838

11. 精製水 残 量

5 KF6012 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体(HLB=7.0)

# (製造方法)

15

WO 01/15658

A:成分1~5を加熱混合し、成分6を均一分散する。

B:成分7~9及び11を加熱混合する。

10 C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分10を添加しサンスクリーン剤(乳液)を得た。

以上のようにして得られたサンスクリーン剤(乳液)は、粘度が低く、キメが細かで、 のびが良く、べたつきもなく、使用性に優れると共に、化粧持ちに優れるため、紫外線防 止効果も持続し、また、温度や経時的に、粉体分散安定性も乳化安定性にも非常に優れて いることがわかった。

### 実施例12:サンスクリーン剤(乳液)

	(成分)	(%)
	1. M3T	20.0
20	2. KF56	3. 0
	3. モノイソステアリン酸ソルビタン	1. 0
	4. KF6012	0.5
	5. シリコーン樹脂	1. 0
	6. パラメトキシケイ皮酸オクチル	4. 0
25	7. 微粒子酸化チタン	8. 0

 8. ソルビトール
 2. 0

 9. 塩化ナトリウム
 2. 0

 10. 防腐剤
 適量

 11. 香料
 適量

 5 12. 精製水
 残量

KF56 (信越化学工業社製):メチルフェニルポリシロキサン

シリコーン樹脂:[Me<sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>]/[SiO<sub>2</sub>]比が 0.8 のシリコーン網状化合物(トリメチルシロキシケイ酸)の 50%–M3T 溶液

PCT/JP00/05838

KF6012 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=7.0)

### (製造方法)

10

WO 01/15658

A:成分1~6を加熱混合し、成分7を均一分散する。

B:成分8~10及び12を加熱混合する。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分11を添加しサンスクリーン剤(乳15 液)を得た。

以上のようにして得られたサンスクリーン剤(乳液)は、キメが細かく、のびが良く、 適度なしっとり感があり、化粧持ちも良いため、紫外線防止効果も持続し、また、温度や 経時的に変化がなく非常に安定性にも優れていることがわかった。

# 20 実施例 1 3: サンタンクリーム

	(成分)	(%)
	1. M3T	15.0
	2. KF96A-100	5. 0
	3. KP-562	0.5
25	4. KF6017	2. 2

	5. KF6026	6.	0
	6. パルミチン酸	0.	2
	7. ジメチルオクチルパラアミノ安息香酸	0.	5
	8. 4ーtーブチルー4'ーメトキシージベンゾイルメタン	0.	5
5	9. カオリン	0.	5
	10. ベンガラ	0.	2
	1 1. 黄酸化鉄	0.	3
	1 2. 黒酸化鉄	0.	1
	13.酸化チタンコーテッドマイカ	1.	0
10	1 4. Lーグルタミン酸ナトリウム	3.	0
	15.1,3ープチレングリコール	5.	0
	16. ジオクタデシルジメチルアンモニウムクロライド	0.	1
	17.酸化防止剤	適	量
	18. 防腐剤	適	量
15	19. 香料	適	量
	20. 精製水	残	量

PCT/JP00/05838

KF96A-100 (信越化学工業社製): 粘度 100mm²/s のジメチルポリシロキサン

KP-562 (信越化学工業社製):ベヘニル変性アクリルシリコーングラフト共重合体

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HL

20 B=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

(製造方法)

WO 01/15658

A:成分1~8及び17~18を加熱溶解する。

25 B:成分16及び20の一部を加熱攪拌後、成分9~13を添加し分散処理する。

C:成分14~15及び20の残部を均一溶解し、Bと混合する。

D:攪拌下、AにCを徐添して乳化し、冷却して成分19を添加しサンタンクリームを得た。

以上のようにして得られたサンタンクリームは、キメが細かく、のびが良くて、適度な しっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、フィット感に優れ化粧持ちも 良く、また、温度や経時的に分離や粉体の凝集などの変化がなく安定性にも優れているこ とがわかった。

# 実施例14:ファンデーション

10	(成分)	(%)
	1. M3T	45.0
	2. KF96A-6	5. 0
	3. KF6017	1. 5
	4. KF6026	0.5
15	5. オクタデシルジメチルベンジルアンモニウム塩変性モンモリロナイト	4. 0
	6. 疎水化処理酸化チタン*	10.0
	7. 疎水化処理タルク*	6. 0
	8. 疎水化処理マイカ*	6. 0
	9. 疎水化処理ベンガラ*	1. 6
20	10. 疎水化処理黄酸化鉄*	0.7
	11. 疎水化処理黒酸化鉄*	0.2
	12. ジプロピレングリコール	5. 0
	13. パラオキシ安息香酸メチルエステル	0.3
	14.2ーアミノー2ーメチルー1、3ープロパンジオール	0.2
25	15. 塩酸	0.1
	16. 香料	適量
	17. 水	残 量

KF96A-100(信越化学工業社製):粘度 100mm²/s のジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(HLB=4.7)

5 \*: 疎水化処理;粉体に対して2%のメチルハイドロジェンポリシロキサン添加後、加熱処理したもの

### (製造方法)

A:成分1~5を加熱混合し、成分6~11を添加して均一にする。

B:成分12~15及び17を加熱溶解する。(水系のpHは9.0)

10 C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分16を添加しファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、キメが細かく、のびが良く、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、化粧持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

15

### 実施例15:ファンデーション

	(成分)	(%)
	1. KF96A-6	5. 0
	2. M3T	15.0
20	3. スクワラン	4. 0
	4. ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	3. 0
	5. ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセライド	2. 0
	6. αーモノイソステアリルグリセリルエーテル	1. 0
	7. KF6015	1. 0
25	8. ジステアリン酸アルミニウム塩	0. 2
	9. 疎水化処理酸化チタン*	5. 0
	1 0. 疎水化処理セリサイト*	2. 0
	1 1. 疎水化処理タルク*	3.0

		•			
	12.	疎水化処理ベンガラ*	Ο.	4	
	1 3.	疎水化処理黄酸化鉄*	0.	7	
	14.	疎水化処理黒酸化鉄*	0.	1	
	15.	硫酸マグネシウム	0.	7	
5	16.	グリセリン	3.	0	
	17.	防腐剤	適	量	Ł
	18.	香料	適	量	t
	19.	精製水	残	盂	ł

PCT/JP00/05838

- 10 KF6015 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.5)
  - \*:疎水化処理粉体;粉体に対し、2%のステアリン酸処理したもの(製造方法)

A:成分1~8を加熱混合し、成分9~14を添加して均一にする。

15 B:成分15~17及び19を加熱溶解する。

WO 01/15658

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分18を添加しファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、粘度が低くキメが細かく、のびが良く、 適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、化粧持ちも良く、温度 や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

### 実施例16:ファンデーション

20

	(成分)	(%)
	1. M3T	18.0
25	2. KF56	5. 0
	3. モノイソステアリン酸ソルビタン	0.5
	4. モノイソステアリン酸ジグリセリル	0.5
	5. KF6012	1. 0

	6. パラメトキシケイ皮酸オクチル	3.	0
	7. 酸化チタン	10.	0
	8. ベンガラ	0.	1 3
	9. 黄酸化鉄	0.	3
5	10. 黑酸化鉄	0.	0 7
	1 1. タルク	2.	5
	12. ソルビトール	2.	0
	13. 硫酸マグネシウム	0.	1
	14. エタノール	10.	0
10	15. 防腐剤	適	<b>B</b>
	16. 香料	適	量
	17.精製水	残	量

KF56 (信越化学工業社製):メチルフェニルポリシロキサン

KF6012(信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体(HLB=7.0)

### (製造方法)

15

20

A:成分7~11を均一に混合する。

B:成分1~6及び15を加熱混合し、Aを加えて均一に分散混合する。

C:成分12~13及び17を加温、Bに添加して乳化し、冷却して成分14、及び16を加え、ファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、 清涼感を有し、乳化状態が良好で、温度による影響をあまり受けず、経時的に分離したり、 凝集したりすることなく、非常に安定性の優れたものであることがわかった。

# 25 実施例 1 7:ファンデーション

(成分)	(%)
1. M3T	15.0
2 KF96A-6	5. 0

	3. 流動パラフィン	3. 0
	4. KF6015	3. 0
	5. パルミチン酸	0.5
	6. アエロジルRY200	5. 0
5	7. 酸化チタン	6. 0
	8. ベンガラ	0.25
	10. 黄酸化鉄	0.6
	1 1. 黒酸化鉄	0.12
	12. セリサイト	8.03
10	13. ジプロピレングリコール	10.0
	14.硫酸マグネシウム	2. 0
	15. 防腐剤	適量
	1 6. 酸化防止剤	適量
	17. 香料	適量
15	18. 精製水	残 量

KF96A-6 (信越化学工業社製): 粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

KF6015 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.5)

アエロジルRY200 (日本アエロジル社製):疎水化シリカ

### 20 (製造方法)

A:成分8~12を均一に混合する。

B:成分1~7及び16を70℃に加熱混合し、Aを加えて均一に分散混合する。

C:成分13~18を70℃に加温、Bに添加して乳化し、冷却して成分17を加え、ファンデーションを得た。

25 以上のようにして得られたファンデーションは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、 さっぱりとした高い清涼感を有し、乳化状態が良好で、化粧持ちも優れ、また、温度によ る影響をあまり受けず、経時安定性の非常に優れたものであることがわかった。

# 実施例18:ファンデーション

	天/旭/パー ロ・ファンフ フョン	
	(成分)	(%)
•	1. M3T	16.0
	2. KF96A-6	8. 0
5	3. パラメトキシ桂皮酸オクチル	3. 0
	4.12一ヒドロキシステアリン酸	1. 0
	5. FL-100	15.0
	6. FPD-6131	5. 0
	7. KMP 5 9 0	3. 0
10	8.フッ素化合物処理微粒子酸化チタン*	8. 0
	9. フッ素化合物処理雲母チタン*	1. 0
	10.フッ素化合物処理酸化チタン*	5. 0
	11.フッ素化合物処理ベンガラ*	0. 9
	12. フッ素化合物処理黄酸化鉄*	2. 0
15	13.フッ素化合物処理黒酸化鉄*	1. 0
	14.エタノール	15.0
	15. グリセリン	3. 0
	16.硫酸マグネシウム	1. 0
	17. 防腐剤	適量
20	18.香料	適量
	19. 精製水	残 量

KF96A-6(信越化学工業社製):粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

RL-100 (信越化学工業社製): トリフルオロプロピルメチルシリコーン ·

FPD-6131(信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・トリフルオロプロピル・メチルポリシロキサン共重合体(HL

25 B=5.4

KMP590 (信越化学工業社製):球状シリコーン樹脂粉体

\*:フッ素化合物処理;パーフルオロアルキルエチルリン酸ジェタノールアミン塩にて5%被覆したもの

# (製造方法)

A:成分7~13を均一に混合する。

B:成分1~6を70℃に加熱混合し、Aを加えて均一に分散混合する。

C:成分14~17及び19を40℃に加温、Bに徐添して乳化し、冷却して成分18を

5 加え、液状ファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、 清涼感を有し、温度や経時的に変化がなく、安定性の非常に優れたものであることがわか った。

# 10 実施例 1 9:ファンデーション

	(成分)	(%)
	1. M3T	27.0
	2. K F 5 6	3. 0
	3. トリイソオクタン酸グリセリル	10.0
15	4. KF6017	1. 0
	5. K F 6 0 2 6	1. 0
	5. モノイソステアリン酸ポリグリセリル	3. 0
	6. 疎水化処理混合粉体(注 1)	18.0
	7. ベンガラ	1. 2
20	8. 黄酸化鉄	2. 6
	9. 黒酸化鉄	0. 2
	10.1,3ーブチレングリコール	7. 0
	11.塩化ナトリウム	0.5
	1 2. 防腐剤	適量
25	1 3. 香料	適量
	1 4. 精製水	残 量
	(注1) 疎水化処理混合粉体	
	a. 微粒子酸化チタン 8. 0	

b. 微粒子酸化亜鉛 4. 0 3. 0 c. タルク d. マイカ 3. 0

KF56 (信越化学工業社製):メチルフェニルポリシロキサン

5 KF6017(信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体(HL B = 4.6

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレ ンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(HLB=4.7)

#### (製造方法)

10 A:成分a~dを混合し、それらの粉体に対し、1%のメチルハイドロジェンポリシロキ サン添加後、加熱処理する。

B:成分1~6を混合して加温溶解し、成分7~10を均一に分散する。

C:成分11~13及び15を混合した後、Bに加えて乳化する。

D:Cを冷却し、成分14を加えてファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、 15 密着感に優れ、、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、また、温度や経時的 に変化がなく、安定性にも優れていることがわかった。

### 実施例20:ヘアクリーム

20	(成分)	(%)
	1. M3T	10.0
	2. KF56	5. 0
	3. スクワラン	4. 0
	4. シリコーン樹脂	1. 0
25	5. ジオレイン酸グリセリル	2. 0
	6. KF6017	2. 0
	7. KF6026	4. 0
	8. ソルビトール硫酸ナトリウム	2. 0

	9. コンドロイチン硫酸ナトリウム	1.	0
	10.ヒアルロン酸ナトリウム	0.	5
	11. プロピレングリコール	3.	0
	1 2. 防腐剤	1.	5
5	13. ビタミンEアセテート	0.	1
	1 4. 酸化防止剤	適	量
	15.香料	適	量
	1 6. 精製水	残	量

KF56 (信越化学工業社製):メチルフェニルポリシロキサン

10 シリコーン樹脂: [Me<sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>]/[SiO<sub>2</sub>]比が 0.8 のシリコーン網状化合物(トリメチルシロキシケイ酸)の 50%-M3T 溶液

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

### (製造方法)

15

A:成分1~7及び12~13を加熱混合する。

B:成分8~11及び16を加熱溶解する。

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分15を添加し、ヘアクリームを得た。 20 以上のようにして得られたヘアクリームは、のびが良く、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性、撥水性、耐汗性があり持ちも良く、温度や 経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

# <u>実施例21:マスカラ</u>

25	(成分)	(%)
	1. KP545	20.0
	2. パルミチン酸/エチルヘキサン酸デキストリン	8. 0
	3. ポリエチレンワックス	4. 0

	4. ミツロウ	7. 0
	5. レシチン	0.5
	6. M3 T	22.0
	7. C11-C12流動イソパラフィン	20.0
5	8. 酸化鉄	5. 0
	9. アエロジルRY200	3. 5
	1 0. タルク	10.0

KP545(信越化学工業社製);アクリルシリコーン共重合樹脂/デカメチルシクロペンタシロキサン30%溶液

10 アエロジルRY200 (日本アエロジル社製):疎水化シリカ

# (製造方法)

A:成分1~7を混合し溶解する。

B:成分8~10をAに加えローラーにて分散する。

以上のようにして得られたマスカラは、のびが良くて、べたつきがなく、耐水性、撥水 15 性、耐汗性があり持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわ かった。

# <u>実施例22:クリーム</u>

	(成分)	(%)	
20	1. M3T	20.0	
	2. トリオクタン酸グリセリル	10.0	
	3. KF6017	1. 5	
	4. KF6026	4. 0	
	5. フェニルジメチルステアリルアンモニウムクロリド	1. 0	
25	6. ジプロピレングリコール	10.0	
	7. マルチトール	10.0	
	8. サポナイト	1. 5	
	9、防腐剤	適量	ŀ

10. 香料

適量

12. 精製水

残 量

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

5 KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(HLB=4.7) (製造方法)

A:成分1~5及び9を加熱混合する。

B:成分6~8及び11を加熱溶解する。

10 C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分10を添加し、クリームを得た。 以上のようにして得られたクリームは、のびが良くて、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性が良好で持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

### 15 実施例23:クリーム

	(成分)	(%)
	1. M3T	10.0
	2. KF96A-6	5. 0
	3. 流動パラフィン	5. 0
20	4. KF6017	3. 0
	5. KF6026	5. 0
	6. クエン酸ナトリウム	2. 0
	7. 1, 3ーブチレングリコール	5. 0
	8. 防腐剤	適量
25	9. 香料	適量
	1.0. 精製水	残 畳

KF96A-6 (信越化学工業社製):粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HL

### B = 4.6

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(HLB=4.7)

### (製造方法)

5 A:成分1~4を加熱混合する。

B:成分5~7及び9を加熱溶解する。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分8を添加し、クリームを得た。

以上のようにして得られたクリームは、のびが良くて、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性が良好で持ちも良く、温度や経時的に

10 変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

# <u>実施例24:クリーム</u>

	(成分)	(%)
	1. M3T	20.0
15	2. 流動パラフィン	5. 0
	3. KF615A	1. 0
	4. Lーアスコルビン酸リン酸エステルマグネシウム塩	3. 0
	5. ジプロピレングリコール	5. 0
	6. グリセリン	5. 0
20	7. 防腐剤	適量
	8. 香料	適量
	9、精製水	残 量

KF615A (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体(HLB=14.0)

### 25 (製造方法)

A:成分1~3均一に混合する。

B:成分5~7を加温し、均一にする。

C:成分4、9を均一に溶解する。

D: 攪拌下、AにBを徐添、さらにCを加えて乳化し、成分8を添加しクリームを得た。 以上のようにして得られたクリームは、キメが細かくて、のびが良く、適度なしっとり感 があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、皮膚になじみやすく、美白効果に優れて おり、また、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

5

# <u>実施例25:クリーム</u>

	(成分)	(%)
	1. M3 T	20.0
	2. KF 5 6	5. 0
10	3. KF6012	1. 0
	4. デキストリン脂肪酸エステル	1. 0
	5. グリセリン	5. 0
	6. 塩化ナトリウム	1. 0
	7. 防腐剤	適量
15	8. 香料	適量
	9. 精製水	残 量

KF56 (信越化学工業社製):メチルフェニルポリシロキサン

KF6012 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=7.0)

### 20 (製造方法)

A:成分1~4を加熱混合する。

B:成分5~7及び9を加熱溶解する。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分8を添加しクリームを得た。
 以上のようにして得られたクリームは、キメが細かく、のびが良く、しっとりしており、
 べたつきがなく、使用性が非常に良いことがわかった。また、耐水性や耐汗性に優れて化粧持ちも良く、紫外線防止効果も持続し、温度や経時的にも変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

# 実施例26: クリーム

	(成分)	(%)	
	1. M3T	18.	0
	2. KF96A-100	2.	0
5	3. ポリプロピレングリコール(3)ミリスチルエーテル	0.	5
	4. KF6017	1.	4
	5. KF6026	2.	5
	6. 疎水化処理微粒子酸化チタン*	1.	0
	8. グリセリン	3.	0
10	9.70%ソルビトール	5.	0
	10. クエン酸	25.	0
	11.塩化ナトリウム	0.	6
	1 2. 防腐剤	適	量
	1 3. 香料	適	量
15	14.32%アンモニア水	4.	5
	1 5. 精製水	残	量

KF96A-100(信越化学工業社製): 粘度 100mm²/s のジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

- 20 KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)
  - \*:疎水化処理微粒子酸化チタン;ステアリン酸アルミニウム処理微粒子酸化チタン (製造方法)
  - A:成分1~5及び12を混合した後、成分6を混合攪拌する。
- 25 B:成分7~11及び13~14を均一溶解する。
  - C:AにBを徐添して乳化し、クリームを得た。

以上のようにして得られたクリームは、大量のクエン酸を含有するにもかかわらず、塗 布中はのびが良く、べたつきがなく、また、温度や経時的に変化のない安定性にも非常に

優れていることがわかった。

# <u>実施例27:クリーム</u>

	(成分)	(%)
5	1. M3T	16.0
	2. KF96A-6	4. 0
	3. K F 6 0 1 2	5. 0
	4. POE(5)オクチルドデシルエーテル	1. 0
	5. モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20E.O.)	0.5
10	6. サンスフェアSZ-5	2. 0
	7. シリコーン処理微粒子酸化チタン	10.0
	8. 流動パラフィン	2. 0
	9. マカデミアンナッツ油	1. 0
	10. オウゴンエキス*	1. 0
15	1 1. ゲンチアナエキス**	0.5
	12. エタノール	5. 0
	13.1、3ーブチレングリコール	2. 0
	1 4. 防腐剤	適量
	15. 香料	適量
20	1 6. 精製水	残 量

KF96A-6 (信越化学工業社製): 粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

KF6012 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体(HLB=7.0)

サンスフェアS Z - 5 (旭硝子社製):無水ケイ酸処理酸化亜鉛;酸化亜鉛を 5 0 %内包し 25 た粒子径 0.01~10 μmのシリカ;

- \*:オウゴンエキス;50% 1、3ーブチレングリコール水で抽出したもの
- \*\*:ゲンチアナエキス;20% エタノール水で抽出したもの

(製造方法)

A:成分6~9を均一に混合分散する。

B:成分1~5を混合し、Aを加える。

C:成分10~14及び16を混合した後、Bを加えて乳化する。

D:Cを冷却し、成分15を加えてクリームを得た。

5 以上のようにして得られたクリームは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、密着感に優れ、、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、また、温度や経時的に変化がなく、安定性にも優れていることがわかった。

# 実施例28:ハンドクリーム

25

10	(成分)	(%)
	1. M3T	12.0
	2. 流動パラフィン	10.0
	3. シリコーン樹脂	5. 0
	4. KF6017	1. 9
15	5. KF6026	4. 0
	6. ジステアリルジメチルアンモニウムクロリド	0.8
	7. ビタミンEアセテート	0. 1
	8. ポリエチレングリコール4000	1. 0
	9. グリセリン	10.0
20	10. スメクタイト	1. 2
	1 1. 防腐剤	適 量
	1 2. 香料	適 量
	1 3. 精製水	残 量

シリコーン樹脂: [Me<sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>]/[SiO<sub>2</sub>]比が 1.15 のシリコーン網状化合物(トリメチルシロキシケイ酸)の 70%-M3T 溶液

KF6017 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (H L B = 4.6)

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレ

ンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(HLB=4.7)

### (製造方法)

A:成分1~7及び11を加熱混合する。

B:成分8~10及び13を加熱溶解する。

5 C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分12を添加し、ハンドクリームを得た。

以上のようにして得られたハンドクリームは、のびが良くて、適度なしっとり感があり、 さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性が良好で持ちも良く、温度や経時 的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

10

# 実施例29:ハンドクリーム

	(成分)	(%)
	1. M3T	30.0
	2. 流動パラフィン	10.0
15	3. アミノ変性シリコーンガム	15.0
	4. KF6017	4. 0
	5. ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド	0.8
	6. ビタミンEアセテート	0. 1
	7. ポリエチレングリコール4000	1. 0
20	8. グリセリン	10.0
	9. スメクタイト	1. 2
	10. 防腐剤	適量
	11. 香料	適量
	1 2. 精製水	残 量

25 アミノ変性シリコーンガム:アミン当量 7 0 0 0 0 g/mol

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (H L B = 4.6)

#### (製造方法)

A:成分1、3を加熱混合溶解し、成分2、4~6、10を加熱添加する。

B:成分7~9及び12を加熱混合する。

C:BをAに徐添し、乳化した後、冷却し、成分11を加えてハンドクリームを得た。<br/>
以上のようにして得られたハンドクリームは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、

5 さっぱりとした使用感を有し、水仕事から効果的に皮膚を保護し、温度安定性の非常に優れたものであることがわかった。

# <u>実施例30:ハンドクリーム(O/W)</u>

	(成分)	(%)
10	1. KP545	5. 0
	2. M3T	5. 0
	3. KSG16	2. 0
	4. イソパラフィン	5. 0
	5. ワセリン	5. 0
15	6. トリイソオクタン酸グリセリル	3. 0
	7. KF6017	0.5
	8. モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン	1. 0
	9. セピゲル305	2. 0
	10.1,3ーブチレングリコール	5. 0
20	1 1. グリセリン	5. 0
	1 2. 防腐剤	適量
	1 3. 香料	適量
	1 4. 精製水	残 量

KP545 (信越化学工業社製); アクリルシリコーン共重合樹脂/デカメチルシクロペンタシ ロキサン30%溶液

KSG16 (信越化学工業社製): 架橋型ジメチルポリシロキサン/ジメチルポリシロキサン KF6017 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

セピゲル305;軽質流動イソパラフィン(SEPPIC社製)

### (製造方法)

A:成分1~7を均一に混合する。

B:成分8~11及び13を均一に混合する。

5 C:AにBを加えて乳化し、成分12を添加してO/Wハンドクリームを得た。

以上のようにして得られたハンドクリームは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、 密着感に優れ、、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、温度や経時的にも非 常に安定であることがわかった。

# 10 実施例 3 1:ハンドクリーム (O/W)

	(成分)	(%	6)
	1. KP545	5.	0
	2. M3T	5.	0
	3. KP561	8.	0
15	4. セタノール	1.	0
	5. トリイソステアリン酸グリセリル	5.	0
	6. ステアリン酸	3.	0
	7. モノステアリン酸グリセリル	1.	5
	8. KF6015	0.	7
20	9. セスキオレイン酸ソルビタン	0.	5
	10.モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン	1.	0
	1 1. 水酸化ナトリウム(1%水溶液)	10.	0
	12.1、3ーブチレングリコール	5.	0
	1 3. 防腐剤	適	盘
25	1 4. 香料	適	盘
	15. 精製水	残	置

KP545 (信越化学工業社製);アクリルシリコーン共重合樹脂/デカメチルシクロペンタシロキサン30%溶液

KF6015 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.5)

KP561 (信越化学工業社製):アクリルシリコーン共重合樹脂:ステアリル変性アクリレートシリコーン

### 5 (製造方法)

A:成分1~9を混合、加熱溶解する。

B:成分10~12及び14を混合、加熱する。

C:AにBを加えて乳化し、冷却して成分13を添加し、O/Wハンドクリームを得た。 以上のようにして得られたハンドクリームは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、

10.4

10 密着感に優れ、、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、温度や経時的にも非常に安定であることがわかった。

# 実施例32:保湿クリーム

	(成分)	(%)
15	1. M3T	10.0
	2. KF56	3. 0
	3. 流動パラフィン	5. 0
	4 . テトラー2ーエチルヘキサン酸ペンタエリスリトール	3. 0
	5. 2ーエチルヘキサン酸セチル	5. 0
20	6. KF6017	1. 0
	7. KMP 5 9 4	2. 5
	8. アエロジルR 9 7 2	2. 0
	9. ステアリン酸亜鉛	2. 0
	10. ビタミンEアセテート	3. 0
25	1 1 . ポリエチレングリコール400	1. 0
	12.乳酸ナトリウム	1. 0
	13.1,3ーブチレングリコール	5. 0
	1 4. 防腐剤	適量

15. 香料

適量

16. 精製水

残 量

KF56 (信越化学工業社製):メチルフェニルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HL

5 B=4.6

KMP594 (信越化学工業社製):球状シリコーンエラストマー樹脂粉体

アエロジルR972 (日本アエロジル社製):疎水化シリカ

(製造方法)

(成分)

A:成分1~6及び9~10を均一に混合し、成分7~8を加えて均一に分散する。

10 B:成分11~14及び16を加えて溶解する。

C: BをAに徐添して乳化した後冷却し、成分15を加えて保湿クリームを得た。 以上のようにして得られた保湿クリームは、のびが良く、しっとり感があり、べたつきがなく、温度や経時による変化もない、使用性も安定性にも非常に優れていることがわかった。

(%)

15

# <u>実施例33:アフターシェーブクリーム</u>

	1. M3T	35.	0
	2. KF6017	2.	9
20	3. K F 6 0 2 6	5.	0
	4. ポリエチレングリコール(分子量:400)	5.	0
	5. Lーグルタミン酸ナトリウム	2.	0
	6. アラントイン	0.	1
	7. アロエ抽出物	適	量
25	8. 防腐剤	適	盘
	9. 酸化防止剤	適	量
	10.香料	適	量
	11. 精製水	残	量

KF6017(信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体(HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

### 5 (製造方法)

A:成分1~4及び10,11を加熱混合した。

B:成分5~9を加熱混合する。

C: AにBを徐添して乳化し、アフターシェーブクリームを得た。

以上のようにして得られたアフターシェーブクリームは、高粘度でたれることなく、塗 10 布中にはのびが良く、べたつきもなく、また、塗布後もしっとり感を保ち、安定性にも非 常に優れていることがわかった。

# 実施例34:アイリンクルクリーム

	(成分)	(%)
15	1. M3T	20.0
	2. KF7312J	5. 0
	3. KF6017	2. 0
	4. KF6026	5. 0
	5. コンドロイチン硫酸ナトリウム	2. 0
20	6. 乳酸ナトリウム	1. 0
	7. グリセリン	50.0
	8. 防腐剤	適量
	9. 酸化防止剤	適量
	10.香料	適量
25	1 1. 精製水	残 量

KF7312J(信越化学工業社製): シリコーン樹脂: [Me<sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>]/[SiO<sub>2</sub>]比が 0.8 のシリコーン 網状化合物(トリメチルシロキシケイ酸)の 50%-デカメチルシクロペンタシロキサン溶液 KF6017(信越化学工業社製): ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体(H L

#### B = 4.6

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

### (製造方法)

5 A:成分1~4及び9を加熱混合する。

B:成分5~8及び11を加熱溶解する。

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分10を添加し、アイリンクルクリームを得た。

以上のようにして得られたアイリンクルクリームは、のびが良く、適度なしっとり感が 10 あり、さっぱりとした使用感を与えると共に、持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安 定性にも優れていることがわかった。

# 実施例35:アイシャドウ

	(成分)	(%)
15	1. M3T	15.0
	2. KF96A-6	10.0
	3. KF6012	2. 0
	4. PEG(10)ラウリルエーテル	0.5
	5.シリコーン処理酸化クロム*	6. 2
20	6. シリコーン処理群青*	4. 0
	7. シリコーン処理チタン被覆マイカ*	6. 0
	8. 塩化ナトリウム	2. 0
	9. プロピレングリコール	8. 0
	1 0. 防腐剤	適量
25	1 1. 香料	適量
	1 2. 精製水	残 量

KF96A-6(信越化学工業社製): 粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

KF6012 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシ

ロキサン共重合体(HLB=7.0)

\*シリコーン処理;粉体に対して3%のメチルハイドロジェンポリシロキサン添加後、加熱 処理したもの

# (製造方法)

10

5 A:成分1~4を混合し、成分5~7を添加して均一に分散する。

B:成分8~10及び12を均一溶解する。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、成分11を添加してアイシャドウを得た。

以上のようにして得られたアイシャドウは、のびが良く、油っぽさや粉っぽさがなく、 みずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性、耐汗性が良好で 持ちも良く、化粧崩れしにくく、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることが わかった。

### 実施例 3 6: アイライナー

	(成分)	(%)	
15	1. M3T	22.0	
	2. KF96A-6	5. 0	
	3. ホホバ油	2. 0	
	4. KF6017	1. 0	
	5. シリコーン処理黒酸化鉄(注)	20.0	
20	6. エタノール	5. 0	
	7. 防腐剤	適量	
	8. 精製水	残 量	

KF96A-6(信越化学工業社製): 粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

KF6017(信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体(HL

25 B=4.6)

(注)シリコーン処理黒酸化鉄;黒酸化鉄に対し、2%のメチルハイドロジェンポリシロキサン添加後、加熱処理したもの

(製造方法)

A:成分1~4を加温混合し、成分5を添加して均一に分散する。

B:成分6~8を加温溶解する。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、アイライナーを得た。

以上のようにして得られたアイライナーは、のびが軽く、油っぽさや粉っぽさがなく、

5 みずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性、耐汗性が良好で 持ちも良く、化粧崩れしにくく、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることが わかった。

### 実施例37:アイライナー

10	(成分)	(%)
	1. M3T	22.0
	2. KF96A-6	5. 0
	3. シリコーン処理黒酸化鉄	20.0
	4. ビタミンEアセテート	0. 2
15	5. ホホバ油	2. 0
	6. ベントナイト	3. 0
	7. KF6012	2. 0
	8. エタノール	10.0
	9. 1、3ーブチレングリコール	10.0
20	1 0. 防腐剤	適量
	1 1. 香料	適量
	1 2. 精製水	<b>残 量</b>

KF96A-6 (信越化学工業社製): 粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

25 KF6012 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体(HLB=7.0)

### (製造方法)

A:成分1、2、4~7を混合し、成分3を加えて均一に混合分散する。

B:成分8~10及び12を混合する。

C:BをAに徐添して乳化した後冷却し、成分11を加えてアイライナーを得た。

以上のようにして得られたアイライナーは、のびが軽く、描きやすく、さっぱりとした 使用感で、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性にも非常に優れており、耐水性、

5 耐汗性は共に優れ、化粧持ちも非常に良いことがわかった。

# 実施例38:制汗剤

	(成分)	(%)
	1. M3T	30.0
10	2. KF6026	1. 0
	3. モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン(20E.O.)	0.5
	4. アルミニウムジルコニウム四塩化水和物のグリシン塩	20.0
	5. 精製水	残 量

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレ 15 ンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(HLB=4.7)

#### (製造方法)

A:成分1と2を混合する。

B:成分4を5に溶解し、成分3を加える。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、制汗剤を得た。

20 以上のようにして得られた制汗剤は、のびが良く、べたつきがなく、しかも、あまり白くならず、さっぱりとした使用感を与えると共に、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

# 実施例39:制汗剤

25	(成分)	(%)
	1. KSG-21	20.0
	2. KSG-15	20.0
	3. M3T	30.0

4. アルミニウムジルコニウム四塩化水和物

20.0

(Aluminum Zirconium Tetrachlorohydrex GLY)

5. KF-96A-6

10.0

KSG21 (信越化学工業社製):架橋型ポリエーテル変性メチルポリシロキサン/ジメチルポ

5 リシ ロキサン

KSG15 (信越化学工業社製):架橋型ポリエーテル変性メチルポリシロキサン/デカメチルシクロペンタシロキサン

KF96A-6 (信越化学工業社製):粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

### 製造方法

- 10 A) 成分1~3、成分5を均一混合する。
  - B) 成分4をA) に加え混合分散する。

以上のようにして得られた制汗剤は、べたつきがなく、のびが良く、温度や経時的にも 非常に安定であることがわかった。

# 15 実施例40:透明ゲル化粧料

	(成分)	(%)	
	1. M3T	10.	0
	2. KF615A	10.	0
	3. 1. 3ーブチレングリコール	10.	0
20	4. ポリエチレングリコール400	9.	0
	5. 2ーヒドロキシオクタン酸	1.	0
	6. ソルビトール(70%水溶液)	10.	0
	7. クエン酸	適	量
	8.クエン酸ナトリウム	適	量
25	9. 防腐剤	適	量
	10. 香料	適	盘
	1 1. 精製水	残	量

KF615A (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=14.0)

### (製造方法)

5 A:成分3~11を均一溶解する。

B:成分1と2を混合し、均一にする。

C:攪拌下、AをBに徐添、乳化して透明ゲル化粧料を得た。

以上のようにして得られた透明ゲル化粧料は、のびが良く、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、皮膚になじみやすく、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

# 実施例41:乳液

10

	(成分)	(%)
	1. M3T	18.0
<b>15</b>	2. KF96A-6	6. 0
	3. スクワラン	5. 0
	4. ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	3. 0
	5. αーモノオレイルグリセリルエーテル	1. 0
	6. KF6017	2. 0
20	7. ジステアリン酸アルミニウム塩	0. 2
	8. 硫酸マグネシウム	0. 7
	9. グリセリン	5. 0
	10. 防腐剤	適量
	11. 香料	適量
25	1 2. 精製水	残 量

KF96A-6 (信越化学工業社製):粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4,6)

# (製造方法)

A:成分1~7を加熱混合する。

B:成分8~10及び12を加熱溶解する。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分11を添加し乳液を得た。

5 以上のようにして得られた乳液は、低粘度でキメが細かく、のびが良く、適度なしっと り感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、化粧持ちも非常に良く、温度や経時 的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

# 実施例42:乳液

10	(成分)	(%)
	1. M3T	15.0
	2. KF96A-6	6. 0
	3. スクワラン	5. 0
	4. ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	3. 0
15	5. αーモノオレイルグリセリルエーテル	1. 0
	6. KF6026	1. 5
	7. KF6017	1. 0
	8. アルミニウムジステアレート	0. 2
	9. デキストリン脂肪酸エステル	1. 0
20	10.硫酸マグネシウム	0. 7
	11. グリセリン	5. 0
	1 2. 防腐剤	適量
	13. 香料	適量
	1 4. 精製水	残 量

25 KF96A-6 (信越化学工業社製): 粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

KF6026 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体(HL

# B=4.6)

### (製造方法)

A:成分1~9を加熱混合する。

B:成分10~12及び14を加熱溶解する。

5 C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分13を添加し乳液を得た。

以上のようにして得られた乳液は、低粘度でキメが細かく、のびが良く、適度なしっと り感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、化粧持ちも非常に良く、温度や経時 的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

# 10 実施例 4 3 : 乳液

	(成分)	(%)
	1. M3T	15.0
	2. KF56	5. 0
	3. スクワレン	5. 0
15	4. テトラー2ーエチルヘキサン酸ペンタエリスリトール	5. 0
	5. KF6017	3. 0
	6. KMP 5 9 4	2. 0
	7. アエロジルR 9 7 2	0.5
	8. アスコルビン酸リン酸マグネシウム	1. 0
20	9. 塩化ナトリウム	1. 0
	10.ポリエチレングリコール11000	1. 0
	1 1. プロピレングリコール	8. 0
	1 2. 防腐剤	適量
	1 3. 香料	適量
25	1 4. 精製水	残 量

KF56 (信越化学工業社製):メチルフェニルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KMP594 (信越化学工業社製):球状シリコーンエラストマー樹脂粉体

アエロジルR972 (日本アエロジル社製):疎水化シリカ

### (製造方法)

A:成分1~5を均一に混合し、成分6~7を加えて均一に分散する。

5 B:成分14に成分8~10を加えて溶解し、更に成分11、12を均一にした後添加する。

C:BをAに徐添して乳化した後冷却し、成分13を加えて乳液を得た。

以上のようにして得られた乳液は、のびが良く、べたつきがなく、温度や経時による変化もなく安定性にも非常に優れていることがわかった。

10

### 実施例 4 4 : 美容液

	(成分)	(%)
	1. M3T	12.0
	2. トリイソオクタン酸グリセリル	10.0
15	3. K F 6 0 1 7	2. 0
	4. KSG21	0. 2
	5. グリセリン	10.0
	6. アスコルビン酸リン酸マグネシウム塩	3. 0
	7. 塩化ナトリウム	2. 0
20	8. 防腐剤	適量
	9. 香料	適量
	10.精製水	残 量

KF6017 (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

25 KSG21 (信越化学工業社製):架橋型ポリエーテル変性メチルポリシロキサン/ジメチルポ リシロキサン

### (製造方法)

A:成分1~4を加熱混合する。

B:成分5~8及び10を加熱し、均一溶解する。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分9を添加し、美容液を得た。

以上のようにして得られた美容液は、キメが細かく、のびが良く、適度なしっとり感が あり、また、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

5

### 実施例 4 5 : 脱臭剤

	(成分)	(%)
	1. M3T	12.0
	2. KF96A-6	4. 0
10	3. KF615A	1. 0
	4. プロピレングリコール	31.0
	5. トリクロサン	0. 1
	6. グリセリン	15.0
	7. 防腐剤	適量
15	8. 香料	適量
	9. 精製水	残 量

KF96A-6 (信越化学工業社製):粘度 6mm²/s のジメチルポリシロキサン

KF615A (信越化学工業社製):ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体(HLB=14.0)

### 20 (製造方法)

A:成分1~3を混合する。

B:成分5を4に溶解し、成分6~9を混合する。

C:Aを激しく攪拌しながらBを加えて乳化する。

D:エアゾール缶にCを65部、噴射剤(n-ブタン、イソブタン、プロパン混合物)3

25 5部を加え、脱臭剤を得た。

以上のようにして得られた脱臭剤は、高濃度に使用してもたれることなく、べたつきもなく、効果の持続する優れた使用性を有していることがわかった。

# 実施例46:エアゾール組成物(収斂、防臭剤)

	(成分)	(%	6)
	1. シリコーン処理マイカ	3.	0
	2. クロルヒドロキシアルミニウム	2.	0
5	3. イソプロピルメチルフェノール	0.	3
	4. セスキオレイン酸ソルビタン	0.	2
	5. ミリスチン酸イソプロピル	5.	0
	6. M3T	5.	0
	7. 香料	適	量
10	8. 噴射剤	残	量

### (製造方法)

A:成分1~7を混合する。

B:Aをエアゾール用缶に詰めた後、成分8を充填する。

以上のようにして得られた本発明品のエアゾール組成物は、防臭効果が高く、塗布時の 15 べたつきがなく、のびが良く、なめらかな感触を有し、又、再分散性が良好なため、非常 に使用性に優れたものであることがわかった。

# 産業上の利用可能性

以上のように、本発明の化粧料は、M3Tを含有するので、揮発性、及び、感触に優れ 20 る。さらに、本発明の化粧料は、肌の脱脂作用などの現象を起こさず、且つ、安定性に優れる。

### 請求の範囲

1. 下記一般式(1) で示されるオルガノポリシロキサンを含有することを特徴とする化 5 粧料。

 $\{(CH_3)_3 S i O\}_3 S i CH_3$  (1)

- 2. 式(1)のオルガノポリシロキサンとは異種のオルガノポリシロキサンの少なくとも 1種を、さらに含有することを特徴とする請求項1に記載の化粧料。
- 3. 前記異種のオルガノポリシロキサンが、25°C、1気圧下で液状のオルガノポリシロキ
  10 サンであることを特徴とする請求項2に記載の化粧料。
  - 4. 前記液状のオルガノポリシロキサンが、25℃、1 気圧下で揮発性のオルガノポリシロキサンであることを特徴とする請求項3に記載の化粧料。
  - 5. 前記揮発性のオルガノポリシロキサンが、4~6個の珪素原子を有する環状ジメチルポリシロキサンであることを特徴とする請求項4に記載の化粧料。
- 15 6. 前記液状のオルガノポリシロキサンが、25℃、1気圧下で不揮発性のオルガノポリシロキサンであることを特徴とする請求項3に記載の化粧料。
  - 7. 前記不揮発性のオルガノポリシロキサンが、ジメチルポリシロキサン、及び、メチルフェニルポリシロキサンからなる群より選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする請求項6に記載の化粧料。
- 20 8. 前記異種のオルガノポリシロキサンが、25℃、1 気圧下でペースト状、ガム状、弾性 固体状、又は、非弾性固体状のオルガノポリシロキサンであることを特徴とする請求項2 に記載の化粧料。
  - 9. 前記ガム状のオルガノポリシロキサンが、重合度が 3,000~20,000 のジメチルポリシロキサンガムであることを特徴とする請求項 8 に記載の化粧料。
- 25 10. 前記弾性固体状、又は、非弾性固体状のオルガノポリシロキサンが、化粧料中に分 散されていることを特徴とする請求項8に記載の化粧料。
  - 11. 前記非弾性固体状のオルガノポリシロキサンが、球状ポリアルキルシルセスキオキサン粉末であることを特徴とする請求項 10 に記載の化粧料。
  - 12. 前記非弾性固体状のオルガノポリシロキサンが、アクリルシリコーン共重合体、フ

ッ素変性オルガノポリシロキサン、トリメチルシロキシケイ酸(MQレジン)、ジメチルシロキシ基含有トリメチルシロキシケイ酸(MDQレジン)からなる群より選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする請求項8に記載の化粧料。

13. 前記異種のオルガノポリシロキサンが、変性オルガノポリシロキサンであることを特徴とする請求項2に記載の化粧料。

5

10

15

- 1 4. 前記変性オルガノポリシロキサンが、フッ素変性オルガノポリシロキサン、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン、アミノ変性オルガノポリシロキサン、アルコール性水酸基含有オルガノポリシロキサン、グリセリル変性オルガノポリシロキサン、ポリグリセリル変性オルガノポリシロキサンからなる群より選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする請求項13に記載の化粧料。
- 15. 前記異種のオルガノポリシロキサンが、架橋型オルガノポリシロキサンであることを特徴とする請求項2に記載の化粧料。
- 1 6. 前記架橋型オルガノポリシロキサンが、一分子中に少なくとも二つのアルケニル基を含有するオルガノポリシロキサンと、Si-H 結合を含有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンとの反応生成物であることを特徴とする請求項15に記載の化粧料。
- 17. 前記架橋型オルガノポリシロキサンが、ポリオキシアルキレン部分、アルキル部分、アルケニル部分、およびアリール部分からなる群より選ばれる少なくとも1部分を架橋分子中に含有する架橋型オルガノポリシロキサンであることを特徴とする請求項15に記載の化粧料。
- 20 1 8. 前記架橋型オルガノポリシロキサンが、動粘度 0.65~100 mm²/s のオルガノポリシロキサンに膨潤された形態で、化粧料に配合されることを特徴とする請求項 1 5~1 7のいずれか 1 項に記載の化粧料。
  - 19.フッ素含有化合物を、さらに含有することを特徴とする請求項1~18のいずれか1項に記載の化粧料。
- 25 20. 紫外線防御成分を、さらに含有することを特徴とする請求項1~19のいずれか1項に記載の化粧料。
  - 21. 前記紫外線防御成分が、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、パラメトキシケイ皮酸 2 エチルヘキシル、4 tert ブチルー 4' メトキシジベンゾイルメタン、ベンゾフ

ェノン系紫外線吸収剤からなる群より選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする請求項20に記載の化粧料。

- 22. 分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物を、さらに含有することを特徴とする請求項1~21のいずれか1項に記載の化粧料。
- 5 23. 増粘剤を、さらに含有することを特徴とする請求項1~22のいずれか1項に記載 の化粧料。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05838

				- 00, 00000
A. CLAS	A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl <sup>7</sup> A61K 7/00			
According t	o International Patent Classification (IPC) or to both n	ational classification and IP	PC .	
	S SEARCHED			
Minimum d Int	ocumentation searched (classification system followed). Cl <sup>7</sup> A61K 7/00-7/50	by classification symbols)		
Documentar	tion searched other than minimum documentation to the	e extent that such document	ts are included	in the fields searched
Electronic d CA (S	ata base consulted during the international search (nar STN), REGISTRY (STN), WPI (DIALOG)	ne of data base and, where p	practicable, sea	rch terms used)
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			·
Category*	Citation of document, with indication, where a	·	- 1	Relevant to claim No.
X Y	EP, 383540, A2 (Shin-Etsu Chem 22 August, 1990 (22.08.90), Claims; Column 1, lines 5 to 1 to 30; Column 6, lines 32 to 44 36; Example 6 & JP, 2-214775, A & US, 4970 & DE, 69019022, E	2; Column 5, lin 4; Column 7, line	es 24	1,2,15-18 3-14,19-23
Y	JP, 5-70328, A (Sanyo Chemical 23 March, 1993 (23.03.93), entire specification, especial line 46 to Column 3, line 30,	ly, Claim 1, Col	umn 2,	3-7,22
Y	JP, 4-305510, A (Kao Corporation 28 October, 1992 (28.10.92), entire specification, especial line 25; Examples 1 to 6 (Fam.	ly, Claims, Colu	mn 9,	19, 23
Y	JP, 6-172148, A (Nippon Unicor 21 June, 1994 (21.06.94), entire specification, especiall 4 (Family: none)			20, 21
	documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family an	inex.	
"A" docume consider date "L" docume cited to special i	categories of cited documents:  nt defining the general state of the art which is not ed to be of particular relevance locument but published on or after the international filing  nt which may throw doubts on priority claim(s) or which is establish the publication date of another citation or other reason (as specified)  nt referring to an oral disclosure, use, exhibition or other	"X" understand the principl document of particular considered novel or car step when the documen	n conflict with the le or theory under relevance; the clannot be considerent is taken alone relevance; the clan inventive step	application but cited to rlying the invention aimed invention cannot be ed to involve an inventive aimed invention cannot be when the document is
means "P" docume than the	nt published prior to the international filing date but later priority date claimed	combination being obv	ious to a person	skilled in the art
10 N	ctual completion of the international search ovember, 2000 (10.11.00)	Date of mailing of the inte 21 November,	ernational searc 2000 (2)	h report 1 . 11 . 00)
Name and ma Japan	alling address of the ISA/ nese Patent Office	Authorized officer		
Facsimile No	•	Telephone No.		

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05838

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 9-255543, A (Shiseido Company, Limited.), 30 September, 1997 (30.09.97), entire specification, especially, Claims, Column 4, lines 6 to 14; Example 3 (Family: none)	8, 10, 11
Y	JP, 9-59132, A (Nippon Unicor Company Limited), 04 March, 1997 (04.03.97), entire specification, especially, Claims, Examples 1 to 8 (Family: none)	8, 9
Y	JP, 7-215817, A (Shiseido Company, Limited), 15 August, 1995 (15.08.95), entire specification, especially, Claims (Family: none)	13, 14
Y	JP, 10-167925, A (Kanebo, LTD.), 23 June, 1998 (23.06.98), entire specification, especially, Claims; Example 1 (Family: none)	8, 12
Y	EP, 848029, A2 (Dow Corning Corporation), 17 June, 1998 (17.06.98), page 3, line 54 to page 5, line 31, especially, page 5, lines 8 to 9 & JP, 10-176059, A & US, 5811487, A & KR, 98064149, A	1-23

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

国際出願番号 PCT/JP00/05838

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> A61K 7/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> A61K 7/00-7/50

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

CA(STN), REGISTRY(STN), WPI(DIALOG)

C. 関連する 引用文献の カテゴリー*	5と認められる文献 引用文献名 及び一部の簡所が関連するときは、その関連する簡所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	EP, 383540, A2 (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 22. 8月.1 990 (22. 08. 90), 特許請求の範囲, 第1欄,第5-1	1,2,15-18
Y	2 行, 第 5 欄, 第 2 4 - 3 0 行, 第 6 欄, 第 3 2 - 4 4 行, 第 7 欄, 第 2 9 - 3 6 行, 実 述 例 6 (Example 6) & JP, 2-214775, A & US, 4970252, A & DE, 69019022, E	3-14,19-23
Y	JP, 5-70328, A (三洋化成工業株式会社), 23.3月.1993 (23.03.93), 明細書全体の記載、特に、請求項1,第2欄,第46行一第3欄,第30行,実施例(ファミリーなし)	3-7,22

X C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

- \* 引用文献のカテゴリー
- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す もの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献(理由を付す)
- 「〇」ロ頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
- 「T」国際出願日乂は優先日後に公表された文献であって 出願と矛盾するものではなく、発明の原理乂は理論 の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性义は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 10.11.00 国際調査報告の発送日 **21.11.00** 国際調査機関の名称及びあて先 特許庁審査官 (権限のある職員) 4 C 9 0 5 3 高原 慎太郎 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁日4番3号 電話番号 03-3581-1101 内線 3452

# 国際調査報告

C (続き).	. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*		関連する 請求の範囲の番号	
Y	JP, 4-305510, A (花王株式会社), 28.10月.1992 (28.10.92),明細書全体の記載、特に、特許請求の範囲, 第9欄, 第25行,実施例1-6 (ファミリーなし)	19, 23	
Y	JP, 6-172148, A (日本ユニカー株式会社), 21.6月.1994 (21.06.94),明細書全体の記載、特に、特許請求の範囲、実施例1-4 (ファミリーなし)	20, 21	
Y	JP, 9-255543, A (株式会社資生堂), 30.9月.1997 (30.09.97),明細書全体の記載、特に、特許請求の範囲,第4欄,第6-14行,実施例3 (ファミリーなし)	8, 10, 11	
Y	JP, 9-59132, A (日本ユニカー株式会社), 4.3月.1997 (04.03.97),明細書全体の記載、特に、特許請求の範囲, 実施例1-8 (ファミリーなし)	8, 9	
Y	JP, 7-215817, A (株式会社資生堂), 15.8月.1995 (15.08.95),明細書全体の記載、特に、特許請求の範囲 (ファミリーなし)	13, 14	
Y	JP, 10-167925, A (鐘紡株式会社), 23.6月.1998 (23.06.98),明細書全体の記載、特に、特許請求の範囲,実施例1 (ファミリーなし)	8, 12	
Y	EP, 848029, A2 (Dow Corning Corporation), 17.6月.19 98 (17.06.98),第3頁,第54行一第5頁,第31行,特に、第5頁,第8-9行 & JP, 10-176059, A & US, 5811487, A & KR, 98064149, A	1-23	